

TREBALL FI DE GRAU

Grau en Enginyeria Química

**OBTENCIÓN DE FILMS DE POLÍMEROS CONDUCTORES DE
ALTA CAPACITANCIA POR ELECTROGENERACIÓN SOBRE
ELECTRODO DE ACERO DE SUPERFICIE ACTIVADA**



Memòria i Annexos

Autor: Marc Iriarte Marín
Director: Dr Francesc Estrany Coda
Convocatòria: Juny de 2018

Resum

Estudi de l'efectivitat del canvi de morfologia superficial de l'elèctrode amb relació als propietats del film de polímers conductors. El projecte té tres fases. En la primera fase s'estudiarà la morfologia de les plaques d'acer AISI 316 amb atacs químics, valorant diferents alternatives en funció dels resultats obtinguts amb el microscopi òptic. La Segona fase té com a objectiu la identificació del canvi superficial mitjançant microscopi òptic i AFM. Dels resultats obtinguts es farà una valoració per trobar els millors candidats a en funció de les hores d'atac químic. A la tercera fase aquests canvis morfològics es valoraran amb relació a com afecten les propietats del poli (3,4-etiliendioxitiófé) (PEDOT) respecte els blancs sense tractar. Es electro-dipositaran films de PEDOT de diferents gruixos en sèries de plaques de diferents hores d'atac i en blancs. Les diferents morfologies superficials dels films obtinguts del PEDOT, es caracteritzen amb el microscopi òptic, i s'avaluaran amb més precisió amb AFM i SEM. També s'ha d'assajar la seva capacitat de resposta elèctrica, avaluant la seva resposta de corrent i de càrrega elèctrica incorporada a la matriu polimèrica a partir de l'aplicació d'un determinat rang de potencial elèctric, realitzant assajos programats de voltamperometria cíclics.

L'estudi pretén aconseguir una millora de les propietats elèctriques del PEDOT. Es busca una superfície d'acer activada mitjançant un atac químic que millori la resposta elèctrica del polímer. Es parteix de la base que l'PEDOT es comporta com un condensador i que la seva capacitat elèctrica depèn en part de l'àrea o superfície específica del mateix. S'espera que millorant la seva superfície específica és millori la seva capacitat elèctrica.

Els resultats de l'estudi demostren que el PEDOT té diferents respostes elèctriques en funció de la morfologia de la placa d'acer AISI 316 sobre la qual es genera. Si bé aquests experiments ofereixen només una primera visió de les possibilitats d'increment de les respostes elèctriques, cal indicar s'han trobat resultats molt esperançadors.

Resumen

Estudio de la efectividad del cambio de morfología superficial del electrodo con relación a las propiedades del film de polímeros conductores. El proyecto tiene tres fases. En la primera fase se estudiará la morfología de las placas de acero AISI 316 con ataques químicos, valorándose diferentes alternativas en función de los resultados obtenidos con el microscopio óptico. La Segunda fase tiene como objetivo la identificación del cambio superficial mediante microscopio óptico y AFM. De los resultados obtenidos se hará una valoración para encontrar los mejores candidatos a en función de las horas de ataque químico. En la tercera fase estos cambios morfológicos se valorarán con relación a cómo afectan las propiedades del poli (3,4-etilendioxitiofé) (PEDOT) respecto los blancos sin tratar. Se electro-depositarán filmes de PEDOT de diferentes espesores en series de placas de diferentes horas de ataque y en blancos. Las distintas morfologías superficiales de los films obtenidos del PEDOT, se caracterizan con el microscopio óptico, y se evaluarán con más precisión con AFM y SEM. También se ensayará su capacidad de respuesta eléctrica, evaluando su respuesta de corriente y de carga eléctrica incorporada a la matriz polimérica a partir de la aplicación de un determinado rango de potencial eléctrico, realizando ensayos programados de voltamperometría cíclicas.

El estudio pretende conseguir una mejora de las propiedades eléctricas del PEDOT. Se busca una superficie de acero activada mediante un ataque químico que mejore la respuesta eléctrica del polímero. Se parte de la base que el PEDOT se comporta como un condensador y que su capacidad eléctrica depende en parte del área o superficie específica del mismo. Se espera que mejorando su superficie específica se mejore su capacidad eléctrica.

Los Resultados del estudio demuestran que el PEDOT tiene diferentes respuestas eléctricas en función de la morfología de la placa de acero AISI 316 sobre la que se genera. Si bien estos experimentos ofrecen sólo una primera visión de las posibilidades de incremento de las respuestas eléctricas, cabe indicar se han encontrado resultados muy esperanzadores.

Abstract

Study of the effectiveness of the change of surface morphology of the electrode in relation to the properties of the film of conductive polymers. The project has three phases. In the first phase the morphology of AISI 316 steel plates with chemical attacks will be studied, evaluating different alternatives based on the results obtained with the optical microscope. The second phase aims to identify the surface change by optical microscopy and AFM. The results obtained will be an assessment to find the best candidates based on the hours of chemical attack. In the third phase, these morphological changes will be evaluated in relation to how the properties of poly (3,4-ethylenedioxythiophene) (PEDOT) affect untreated targets. PEDOT films of different thicknesses will be electro-deposited in series of plates of different attack times and blanks. The different surface morphologies of the films obtained from PEDOT, are characterized with the optical microscope, and will be evaluated more accurately with AFM and SEM. Its electrical response capacity will also be tested, evaluating its current and electric charge response incorporated to the polymer matrix from the application of a certain range of electrical potential, performing programmed cyclic voltammetric tests.

The study aims to achieve an improvement of the electrical properties of PEDOT. An activated steel surface is sought by a chemical attack that improves the electrical response of the polymer. It is assumed that the PEDOT behaves like a condenser and that its electrical capacity depends in part on its specific area or surface. It is expected that improving its specific surface area will improve its electrical capacity.

The results of the study show that the PEDOT has different electrical responses depending on the morphology of the AISI 316 steel plate on which it is generated. Although these experiments offer only a first view of the possibilities of increasing electrical responses, it is worth mentioning that very encouraging results have been found.

Agraïments

M'agradaria agrair al meu tutor, el Dr Francesc Estrany Coda, la seva ajuda, col·laboració i orientació. La seva predisposició i bona voluntat han ajudat en gran part a que aquesta memòria arribi a termini. Agrair-l'hi també que em dones la oportunitat de realitzar aquest estudi.

A la Dra Margarida Sánchez la seva implicació en el projecte i en la logística del mateix.

Glossari

En el present treball es fan servir les següents abreviatures:

- CV Voltamperometria Cíclica
- PEDOT poli(3,4-etilendioxitiofé)
- EDOT 3,4-Etilendioxitiofé
- SEM Microscopi de escombrat electrònic
- AFM Microscopi de força atòmica

Índex

RESUM	I
RESUMEN	II
ABSTRACT	III
AGRAÏMENTS	IV
GLOSSARI	V
1. PREFACI	1
1.2. Origen del treball	1
1.3. Motivació	1
1.4. Requeriments previs.....	2
2. INTRODUCCIÓ	3
2.1. Objectius del treball.....	3
2.2. Abast del treball.....	3
3. INSTRUMENTACIÓ EMPRADA	5
3.1.1. CV Voltamperometria Cíclica	5
3.1.2. AFM Microscopi de força atòmica.....	5
3.1.3. SEM Microscopi d'escombrat electrònic.....	7
4. PRIMERA FASE EXPERIMENTAL	9
4.1. Materials i mètodes.....	9
4.1.1. Reactius	9
4.1.2. Mètode.....	9
4.1.3. Caracterització	10
4.1.4. Presa de decisions.....	16
5. SEGONA FASE EXPERIMENTAL	17
5.1. Materials i mètode	17
5.1.1. Reactius	17
5.1.2. Mètode.....	17
5.1.3. Caracterització	17
5.1.4. Presa de decisions.....	24
6. TERCERA FASE EXPERIMENTAL	25

6.1. Materials i mètode.....	25
6.1.1. Reactius.....	25
6.1.2. Mètode	25
6.1.3. Caracterització	28
7. ANÀLISI DE L'IMPACTE AMBIENTAL	57
CONCLUSIONS	59
ANÀLISI ECONÒMIC	61
BIBLIOGRAFIA	65

1. Prefaci

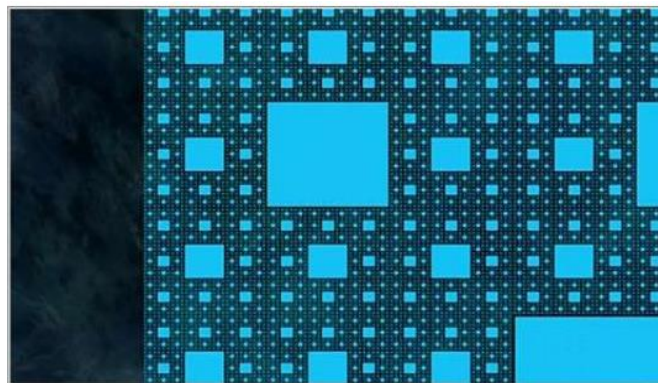
1.2. Origen del treball

El origen primer d'aquest TFG és el concepte matemàtic de fractal. Un fractal es un objecte matemàtic d'àrea finita però perímetre infinit. Això significa que en teoria tenen una superfície específica molt gran. Aquest concepte associat al comportament d'un condensador que depèn de la seva àrea va portar-me a la idea a estudi del treball. Els elèctrodes d'acer a on es diposita el PEDOT són poc rugosos, si augmentéssim la seva rugositat augmentaria la seva àrea específica. El comportament del PEDOT elèctricament es similar al d'un condensador així que si augmentem la seva àrea específica tindria que augmentar les seves propietats elèctriques.

1.3. Motivació

El concepte d'optimització de sistemes es una de les coses que més s'insisteix en la docència d'un enginyer. Una de les maneres de millorar el comportament d'un condensador, en aquest cas PEDOT en símil, és augmentar la seva superfície. Lògicament tenir un condensador de les mides d'un camp de futbol seria genial per a millorar la seva resposta, però difícilment viable econòmicament. Així doncs la possibilitat de augmentar la seva superfície efectiva sense augmentar les dimensions del elèctrode és optimitzar el sistema. Més resposta amb igual quantitat de matèria, en teoria.

A més les antenes dels mòbils moderns son d'un disseny fractal. Als anys 90 tots els mòbils tenien una petit antena que els sobresortia de les seves carcasses, avui en dia això ja no es necessari. Això es perquè tenen un disseny fractal que fa que tinguin una major superfície específica amb un volum més reduït.



Il·lustració 1 Disseny d'una antena de mòbil fractal

1.4. Requeriments previs

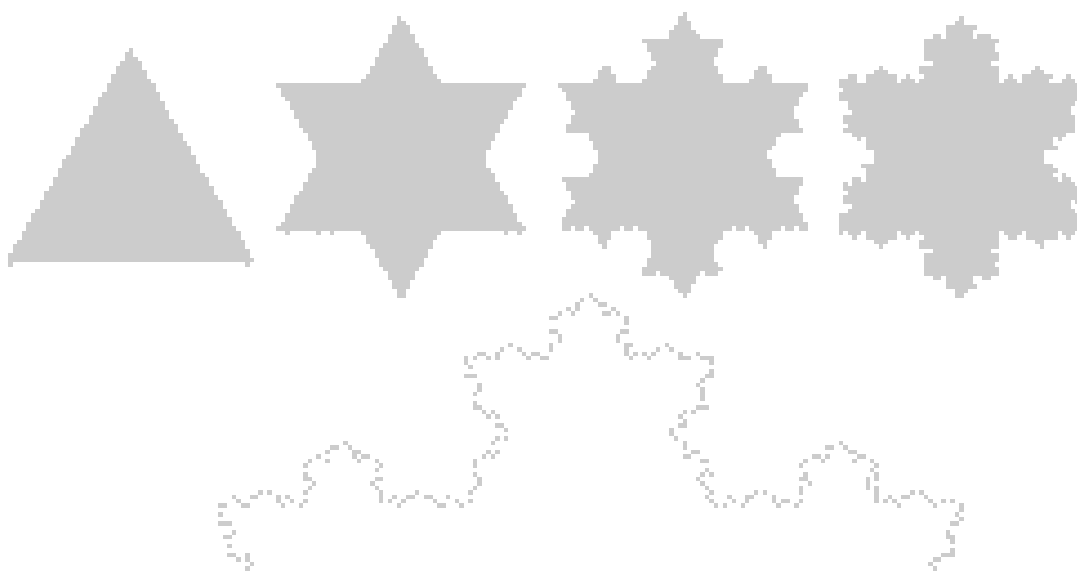
El concepte de fractalitat és bastant fàcil d'entendre visualment, però poder no tant d'explicar matemàticament. La clau de tot plegat es la reiteració d'una forma geomètrica dins d'una altra.



Il·lustració 2 Progressió de fractalització d'una línia recta

Així doncs la distància de la línia al introduir el primer triangle ha augmentat. Si reiterem el procés i anem posant nous triangles cada cop més petits, però cada cop a més zones el perímetre va augmentant.

Així aconseguim:



Il·lustració 3 Progressió des de un triangle fins a la estrella de Koch

2. Introducció

2.1. Objectius del treball

Aquest treball té com a objectiu l'estudi del comportament del PEDOT electrogenerat sobre plaques d'acer AISI 316 activades. L'activació d'aquestes plaques es durà a terme mitjançant un atac químic. Els efectes de la modificació superficial de les plaques (que actuaran com a elèctrodes), s'estudiaran en la vessant morfològica a micro- i fins i tot a nanoescala, per identificar els canvis produïts en la topografia superficial, i en la vessant electroquímica i elèctrica, per verificar de forma directa les millores en la resposta elèctrica vinculades als canvis indicats. Per a arribar a aquest objectius generals s'ha definit la següent seqüència de fites per a assolir:

- Estudi i elecció del agent químic per a l'activació.
- Cerca del temps d'atac del agent químic òptim.
- Electrogeneració de PEDOT sobre les plaques activades i no activades.
- Comparació morfològica del PEDOT electrogenerat en les plaques activades i sense activar.
- Estudi de les propietats elèctriques dels films de PEDOT electrogenerats, realitzant la comparativa entre la resposta dels films obtinguts sobre les plaques originals, i sobre les que han rebut tractament d'activació.

2.2. Abast del treball

Les propietats elèctriques del PEDOT són properes al comportament d'un condensador. Un augment de la seva superfície incrementarà les seves prestacions. Al atacar químicament les plaques aquestes augmenten la seva rugositat i això augmenta la seva superfície específica. Es una hipòtesi raonable, que presenta una alta probabilitat d'èxit. Hi ha infinitat de bibliografia sobre tècniques d'atacs a superfícies d'acer. En canvi, no n'hi ha, o no està al abast, del efecte de la modificació de la superfície on es diposita el PEDOT.

Una altre consideració hipotètica es el comportament del PEDOT segons es vagui electrodepositant. S'espera que la topografia dels films de PEDOT emuli fins a cert punt la de la placa rugosa d'acer on es diposita. Seguint aquesta línia de raonament, es previsible que a carregues petites de electrogeneració (films prims), la morfologia superficial del polímer recobreixi i imiti el substrate, però que a carregues

grans es més probable que les capes successives del film que es va formant, encapsulin paulatinament a les anteriors, assolint la morfologia superficial habitual en els films de PEDOT electrogenerat.

La línia d'investigació que s'ha marcat en aquest treball es un "terreny" poc o gens documentat, el que significa que els resultats obtinguts seran molt "pioners" en aquest camp d'estudi.

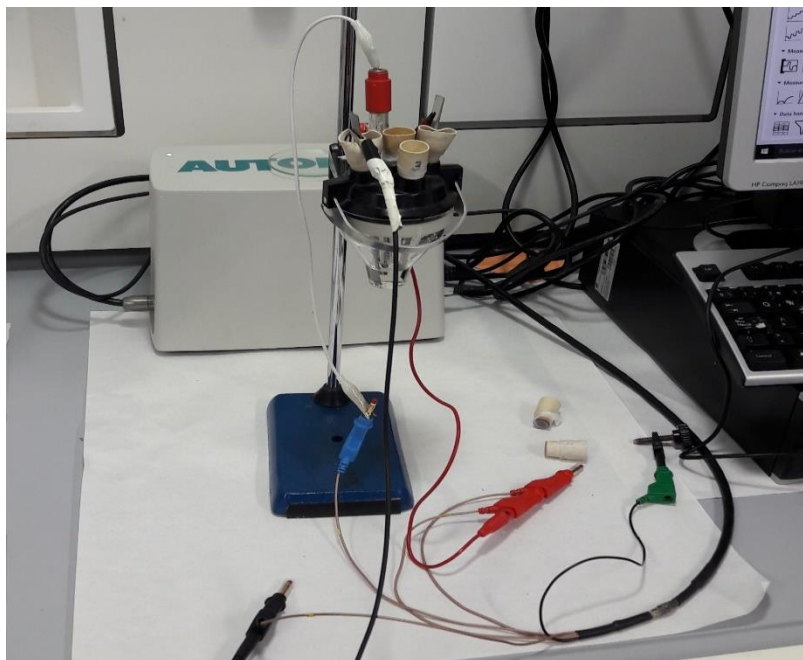
3. Instrumentació Emprada

3.1.1. CV Voltamperometria Cíclica

La voltamperometria cíclica (CV) és una tècnica electroquímica que mesura el corrent generat en una cel·la electroquímica fixant uns voltatges màxims i mínims. La CV realitza lectures cícliques del potencial d'un elèctrode de treball i el corrent resultant.

El potencial de l'elèctrode de treball es mesura contra un elèctrode de referència que manté un potencial constant, i el potencial aplicat resultant produeix una senyal d'excitació. [1]

Un voltamperograma cíclic s'obté mesurant el corrent en l'elèctrode de treball durant els escanejos de potencial. Els estudis de CV, es van realitzar amb un potenciostat-galvanostat, el qual controla amb precisió el potencial de l'elèctrode comptador (CE) contra l'elèctrode de treball (WE). la diferència de potencial entre l'elèctrode de referència (RE) i el (WE), així com el corrent que flueix entre el (CE) i el (WE), estan monitoritzades.



Il·lustració 4 Muntatge CV

El potenciostat-galvanostat emprat en aquest, treball, Autolab PGSTAT101 té un total de quatre connectors: WE, CE, RE, i terra. El potencial sempre es mesura entre el RE (blau) i el WE (Vermell) i el corrent sempre es mesura entre el WE (vermell) i el CE (negre). El connector de terra (verd) es pot utilitzar per connectar dispositius externs a la mateixa terra de la PGSTAT. [2]

3.1.2. AFM Microscopi de força atòmica

Un microscopi de forces atòmiques (**Atomic Force Microscopy**) és un tipus de microscopi de sonda de rastreig de molt alta resolució, que pot mesurar fraccions del nanòmetre, més de 1000 vegades millor que el límit d'un microscopi òptic.

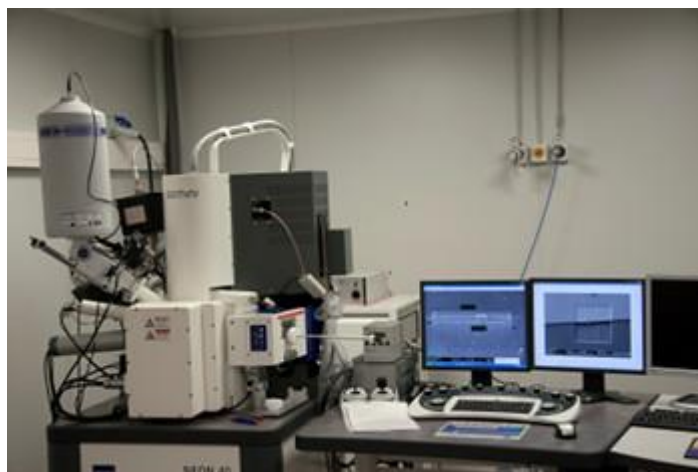
L'AFM és una de les eines més importants per elaborar mapes topogràfics de la matèria a escala nanomètrica. La informació és recollida per escombrat detectant les forces moleculars i atòmiques que actuen sobre una punta situada sobre la superfície del material estudiat. Els elements piezoelèctrics, que permeten moviments petits però exactes en el comandament electrònic, fan possible un escaneig molt precís. En algunes variacions, també es poden mesurar els potencials elèctrics utilitzant micropalanques conductores. En versions més noves i avançades, fins i tot és possible mesurar la conductivitat elèctrica de la superfície subjacent transmetent corrent elèctric a través de la punta, però aquest mètode és més difícil i hi ha pocs grups de recerca que presentin dades fiables amb aquest sistema.



Il·lustració 5 AFM (Font: Centre de Recerca Multi escala UPC)

3.1.3. SEM Microscopi d'escombrat electrònic

Les sigles SEM pertanyen al acrònim anglès (**Scanning Electron Microscopy**) i en castellà està traduït com microscopi electrònic de rastreig. Els tipus de senyals produïts per un SEM inclouen electrons secundaris , electrons reflectits , fotons de raigs X característics i llum , corrent absorbida (corrent instantània) i electrons transmesos . Els senyals resulten de les interaccions del feix d'electrons amb àtoms a diferents profunditats de la mostra. En el mode de detecció més habitual o estàndard, la imatge d'electró secundari, els electrons secundaris s'emeten des de molt a prop de la superfície de la mostra. En conseqüència, SEM pot produir imatges d'alta resolució d'una superfície d'exemple, revelant detalls de menys de 1 nm de mida. Els electrons emesos per la mostra són recol·lectats pels detectors, que produeixen un senyal elèctric, incident en una pantalla de tub de raigs catòdics que reproduïx la imatge. El microscopi utilitzat en aquest projecte va ser el Zeiss Neon 40 ubicat al Barcelona Research Center in Multiscale Science and Engineering de la UPC.



Il·lustració 6 SEM Zeiss Neon 40 (Font: Centre de Recerca Multi escala UPC)

4. Primera Fase Experimental

Durant la primera fase del estudi, l'objectiu ha estat determinar un agent d'atac químic, determinar una concentració i un temps adequat d'atac, i fer un anàlisi micro- i nanomorfològic de la superfície atacada, per valorar els seus efectes a nivell topogràfic, per programar un posterior estudi amb PEDOT. Tot seguit es mostrarà els mètodes i materials que es van emprar.

4.1. Materials i mètodes

4.1.1. Reactius

- Acer AISI 316: Acer inoxidable austenític al molibdè. Excel·lents propietats anticorrosives pràcticament front de qualsevol agent corrosiu a altes concentracions i fins a temperatures d'uns 300°C. D'extens ús industrial per a tot tipus de funcions, des de indústria farmacèutica, passant per arquitectura fins a aplicacions en marina.
- Àcid Clorhídric: L'HCl és un dels àcids pròtics amb més ús industrial i domèstic. Es farà servir com a reactiu al 38% com a agent d'atac químic.
- Hipoclorit sòdic: El NaClO és una base i oxidant d'ampli ús industrial i domèstic. Es farà servir com a reactiu al 10-15% (segons especificacions de l'ampolla)

4.1.2. Mètode

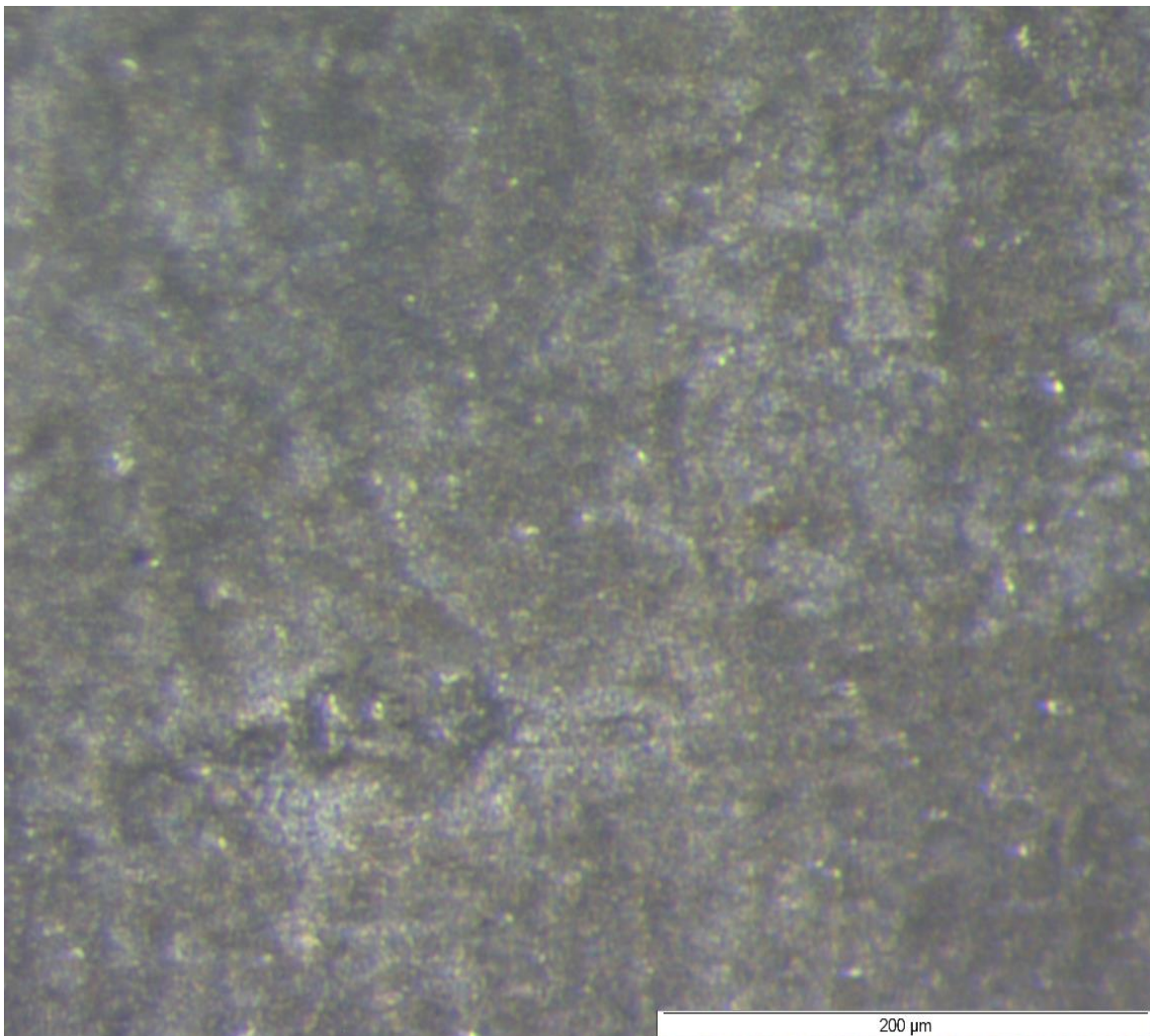
Es van programar una sèrie d'experiments per a tenir un ampli espectre de temps d'actuació i poder observar els seus efectes.

- Es va preparar una dissolució d'HCl al 10% en volum, mitjançant pipeta aforada de 10 ml i un matràs aforat de 100 ml a temperatura ambient. En un vas de precipitats de 200 ml es van avocar els 100 ml d'àcid. Es van introduir 16 mostres d'acer i es van anar treient una cada 5 segons, excepte les peces de la 13 en endavant es van treure en intervals d'un minut. Sense agitació
- Es va repetir l'experiment anterior però amb 8 mostres amb temps d'extracció de 10 minuts entre peces, excepte la 7 que van ser 3 dies i la 8 que van ser 7 dies
- Es va agafar 100 ml de NaClO al 10-15% en un vas de precipitats de 200 ml. Es van introduir 6 mostres i es van extreure les 4 primeres en temps una cada 10 minuts. La 5 al cap de 3 dies i la 6 al cap de 7 dies.

- Es va repetir el primer experiment amb 4 peces i l'anterior amb 3 peces. Les peces d'HCl van tenir un temps d'actuació de 2, 7, 10 i 28 dies. Les de NaClO de 2, 7 i 10 dies.

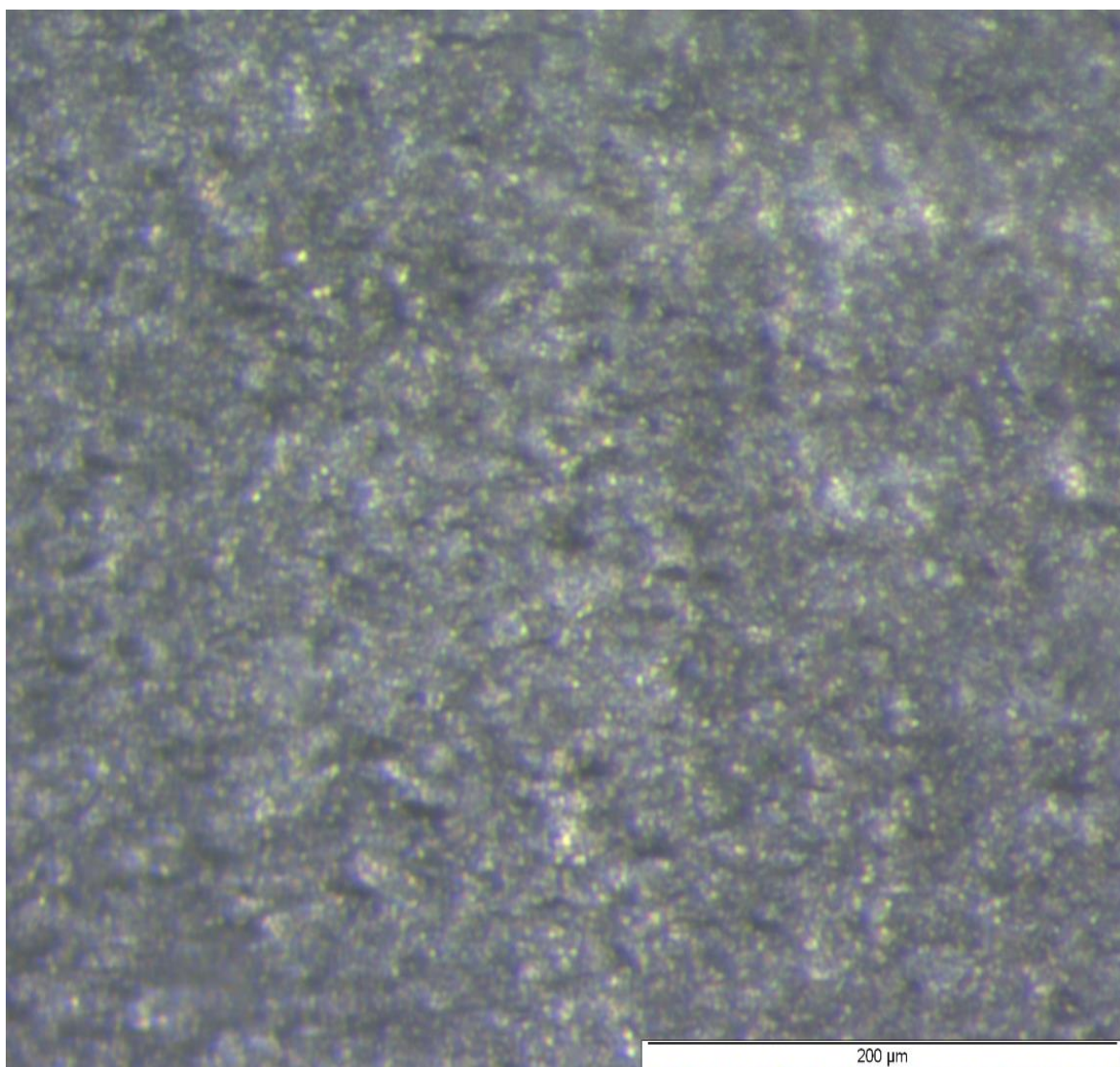
4.1.3. Caracterització

Es van dur les peces d'acer tractades al microscopi òptic per a observar qualitativament el grau d'atac. S'adjunten algunes de les més significatives. Les plaques de menys d'una hora d'actuació no mostraven un canvi significatiu.



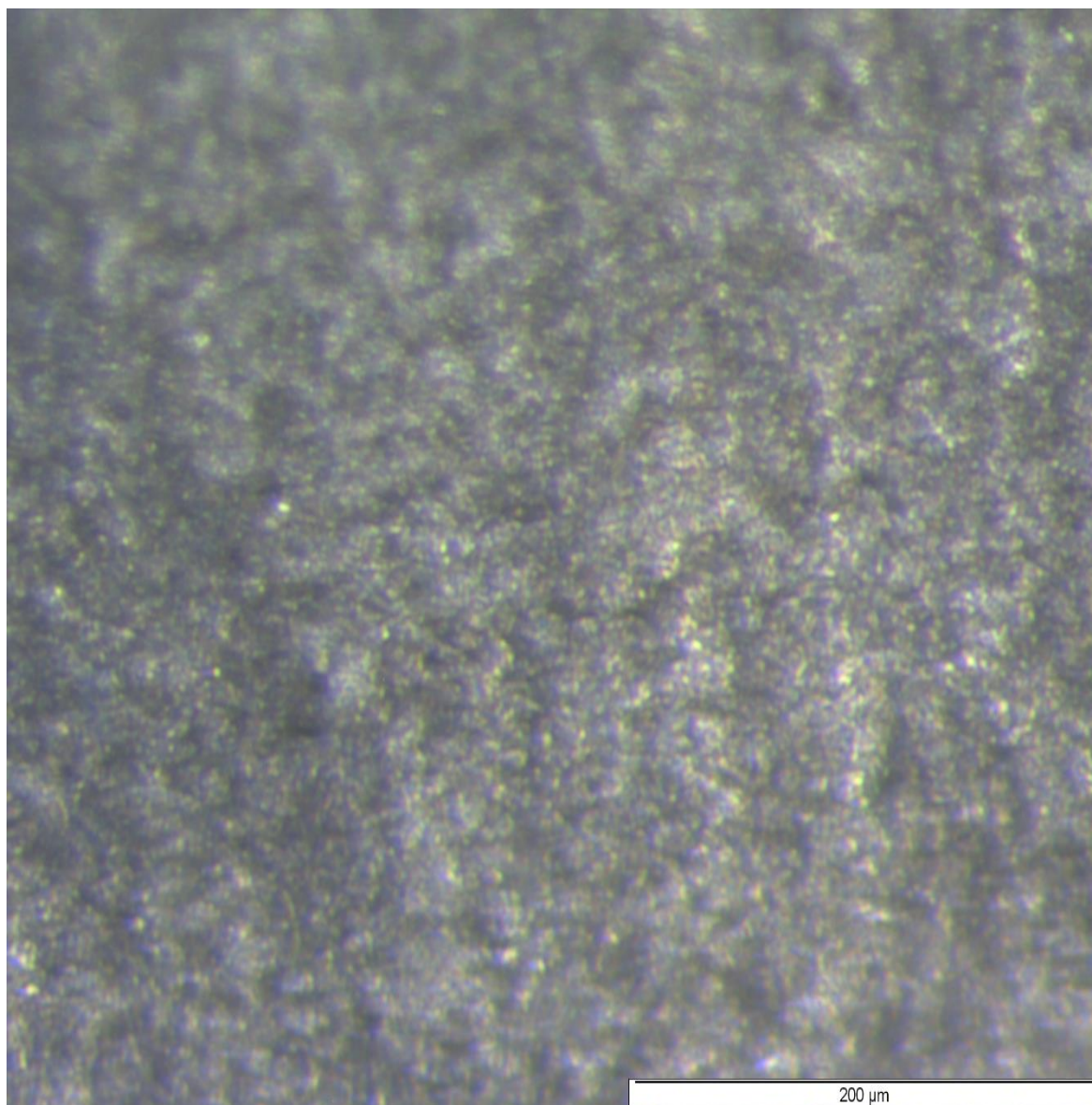
Il·lustració 7 Proveta 2 dies en HCl

A la imatge es pot veure l'erosió sobre la placa d'acer inicialment llisa. Poden veure-s'hi zones més fosques i zones més clares. Les més clares són zones locals on hi ha més pèrdua de metall i les fosques menys. Tota la placa està atacada més o menys aleatòriament i sense presència d'òxids de ferro.



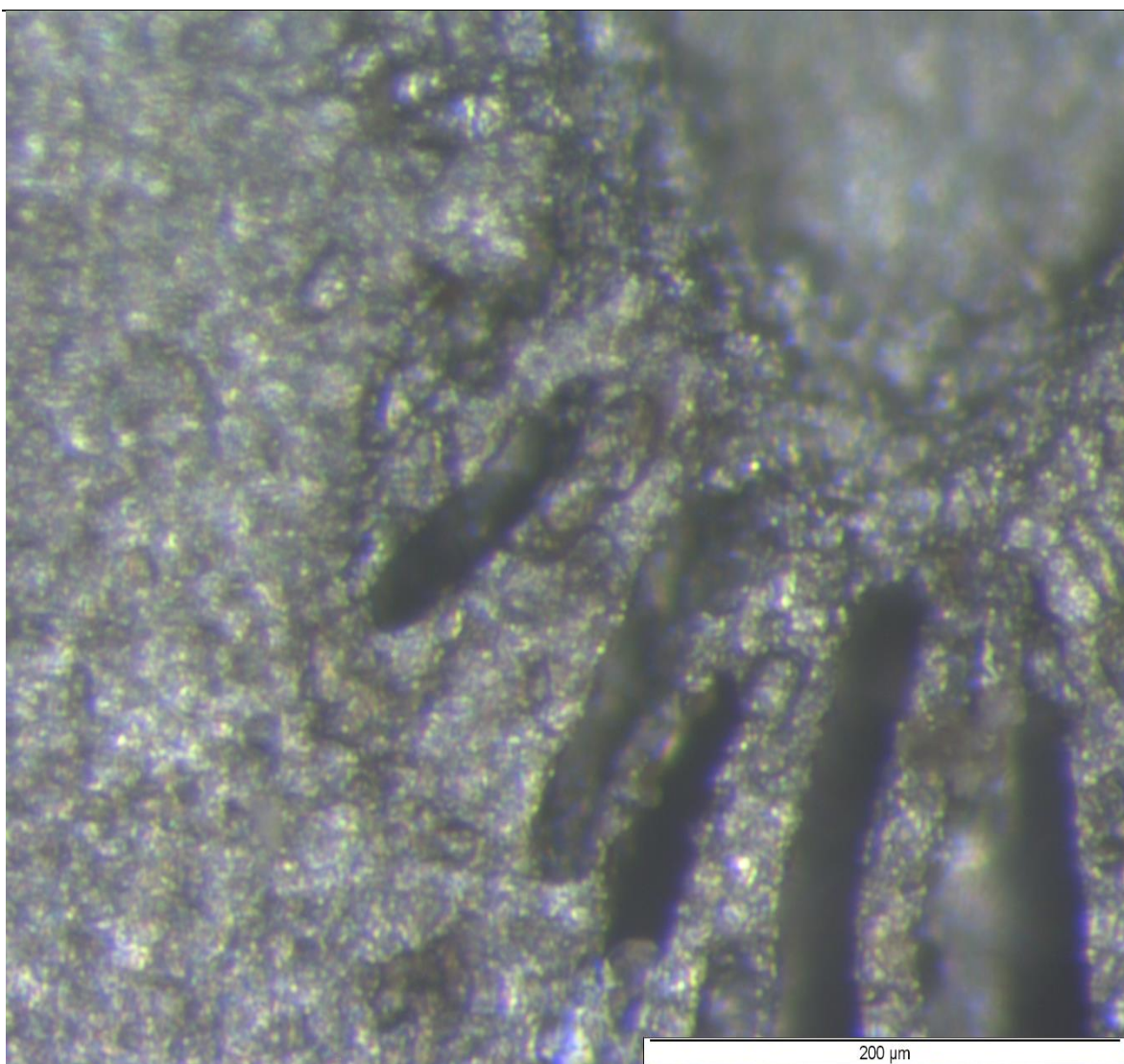
Il·lustració 8 Proveta 7 dies en HCl

En aquesta imatge es pot veure com el desgast es més acusat. La “rugositat” aparent de la placa ha augmentat. S’hi aprecien zones fosques i clares barrejades entre si, donant lloc a petits canals. Tota la placa està atacada més o menys aleatòriament i sense presència d’òxids de ferro.



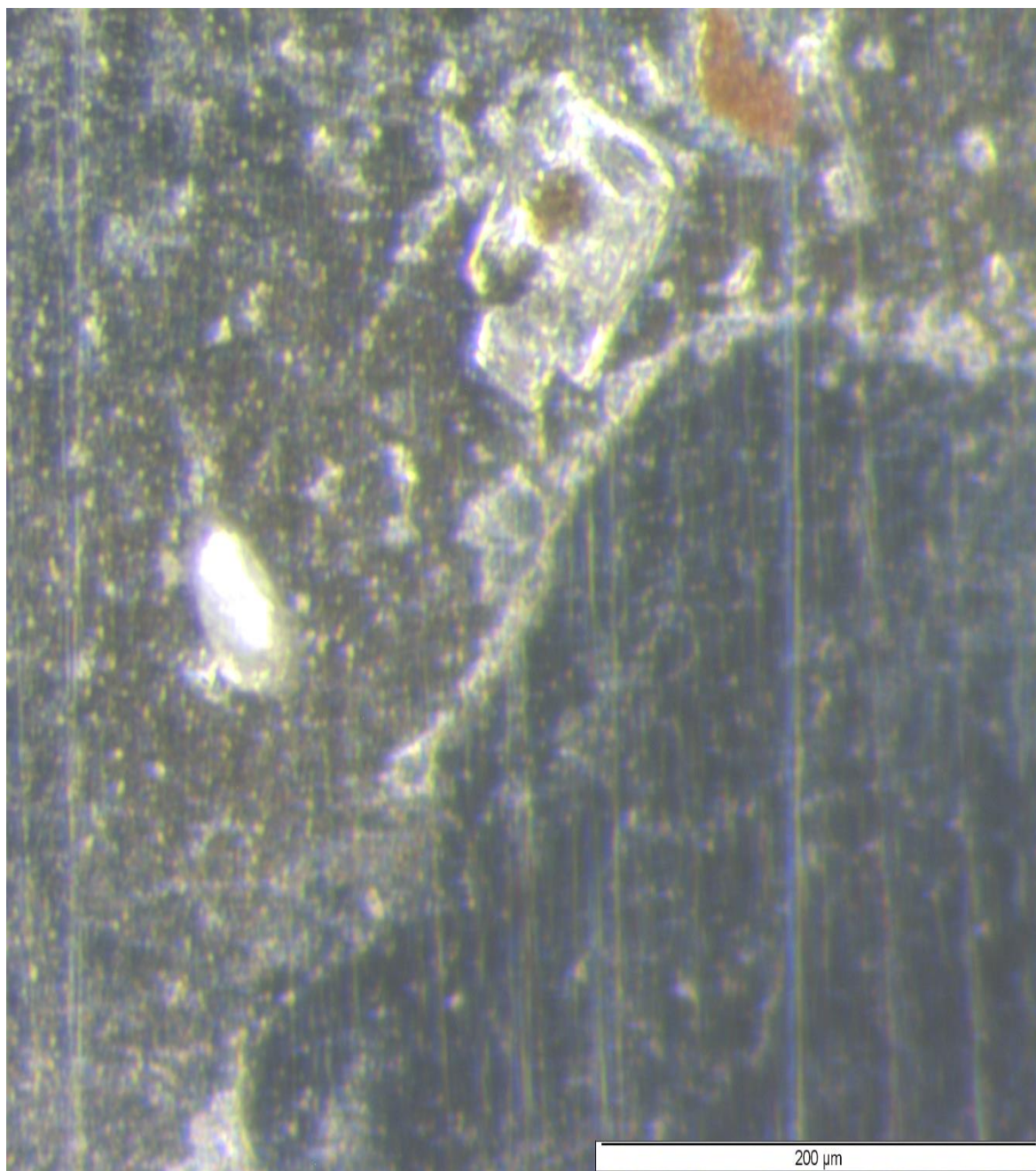
Il·lustració 9 Proveta 10 dies HCl

En la placa de 10 dies s'hi poden veure clarament uns canals on la placa està més desgastada i uns pic més elevats de zones fosques no tan atacades. Tota la placa està atacada més o menys aleatòriament i sense presència d'òxids de ferro.



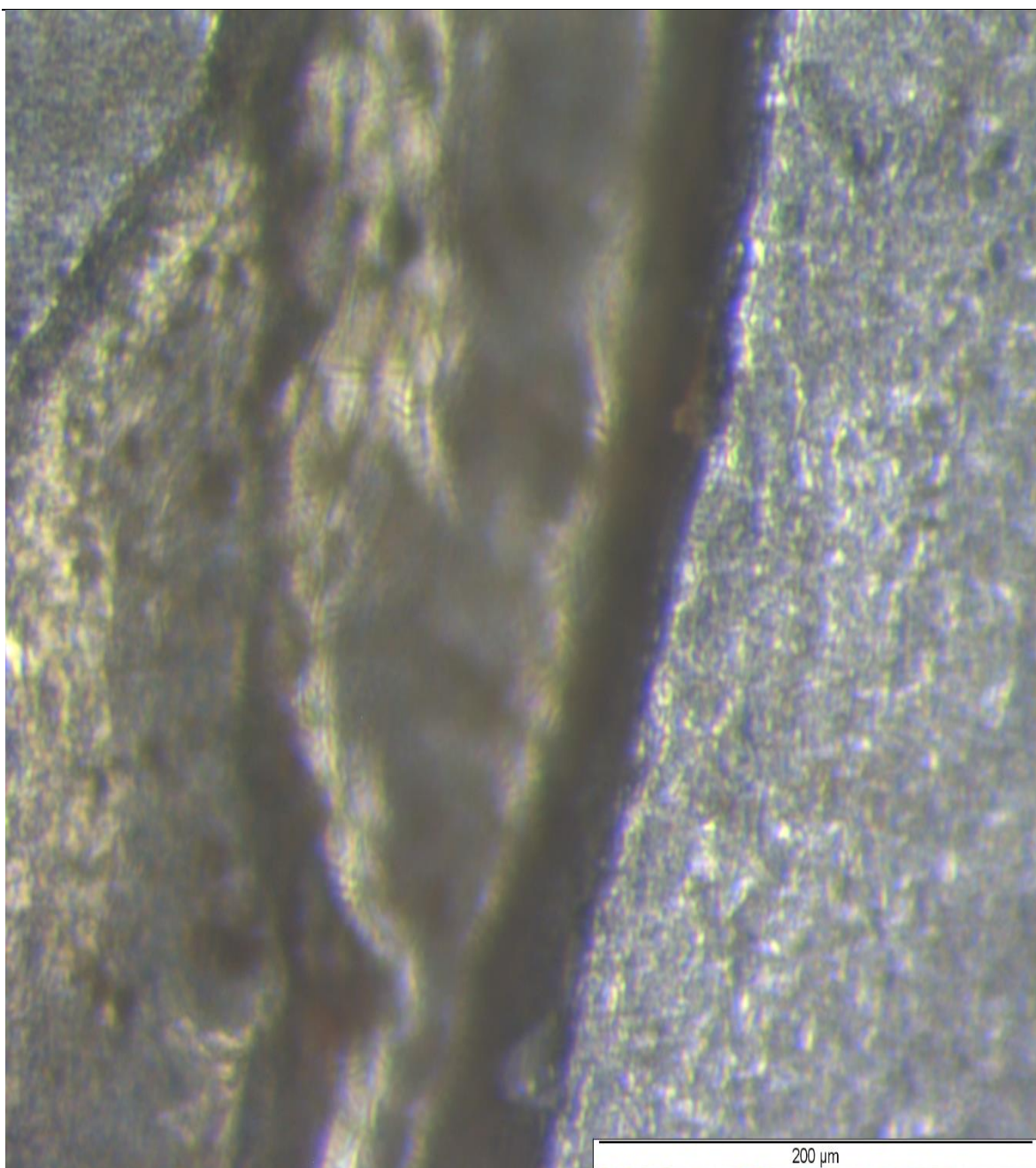
Il·lustració 10 Proveta 28 dies HCl

En aquesta placa s'aprecien clarament els forats que ha provocat l'acció del HCl. S'aprecien picadures sobre una superfície aleatòriament repartits (part inferior esquerra). Es veuen uns forats enormes (part superior dreta) amb profunditat i uns canals que recorren la superfície (part inferior dreta). No s'hi aprecien òxids



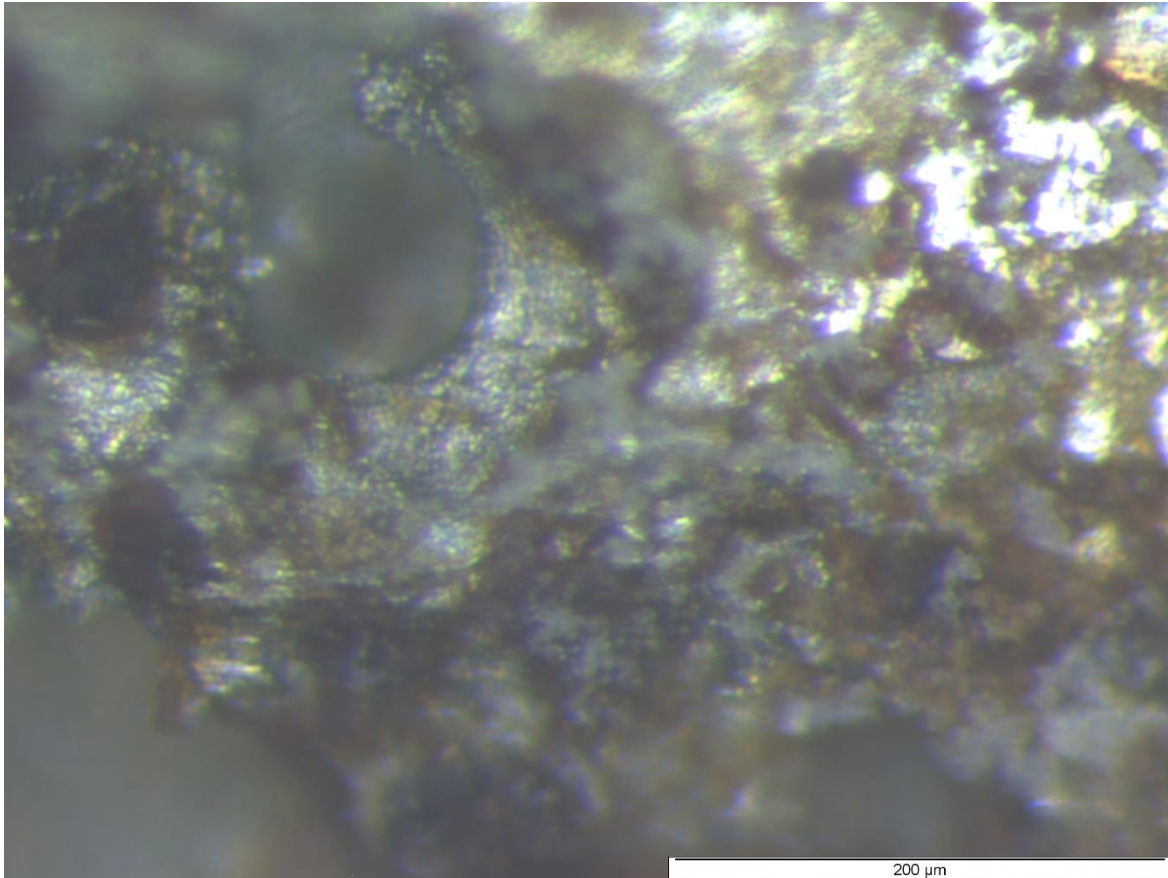
Il·lustració 11 Proveta 2 dies NaClO

S'aprecia un atac molt localitzat, originant picadures sobre el metall i fins hi tot deixat restes d'òxid de ferro.



Il·lustració 12 Proveta 7 dies NaClO

Les picadures inicials han generat uns forats grans sobre la superfície de la placa, amb presència d'òxids. Els atacs són localitzats, es pot apreciar que la zona prèvia al forat no està tan deteriorada com la del propi forat.



Il·lustració 13 Proveta 10 dies NaClO

La destrucció de superfície de la placa es total en algunes zones. Hi han forats amb rugositats molt elevades i amb presència d'òxids de ferro. La zona mostrada a la imatge està tan atacada que s'hi pot apreciar la profunditat de l'acció del NaClO.

4.1.4. Presa de decisions

Amb la informació que es va recopilar amb l'ajut de l'apreciació visual i del microscopi òptic es van prendre les següents decisions:

- Donat que els òxids de ferro poden interactuar amb el PEDOT no es recomanable la seva presència, i donat la tendència a fer picadures i no un desgast més o menys homogeni del NaClO, es va escollir el HCl com a agent d'atac químic.
- Les provetes de menys d'una hora no s'hi apreciaven els efectes dels atacs i les de més de 24 hores la "rugositat" era en aparença massa elevada. Així que es van escollir uns nous temps d'atac: 1, 2, 6, 12 i 24 hores.

5. Segona Fase Experimental

En aquesta segona fase es va a dur a terme una caracterització més quantitativa de la rugositat de les plaques tractades amb l'agent i els temps establerts a la primera fase.

5.1. Materials i mètode

5.1.1. Reactius

- Acer AISI 316: Acer inoxidable austenític al molibdè. Excel·lents propietats anticorrosives pràcticament front de qualsevol agent corrosiu a altes concentracions i fins a temperatures d'uns 300°C. D'extens ús industrial per a tot tipus de funcions, des de indústria farmacèutica, passant per arquitectura fins a aplicacions en marina.
- Àcid Clorhídric: L'HCl és un dels àcids pròtics amb més ús industrial i domèstic. Es farà servir com a reactiu al 38% com a agent d'atac químic.

5.1.2. Mètode

- Es va preparar una dissolució d'HCl al 10% en volum, mitjançant pipeta aforada de 10 ml i un matràs aforat de 100 ml a temperatura ambient. En un vas de precipitats de 200 ml es van avocar els 100 ml d'àcid.
- Es van introduir 15 mostres, tres mostres per a cada temps d'atac. Sense agitació

5.1.3. Caracterització

Mitjançant AFM es va fer un estudi de diferents plaques atacades amb HCl, tot seguit es mostren les més interessants.

ACERO INOX NO ATACADO CON HCl 10 % - BLANCO

IMAGEN 3D

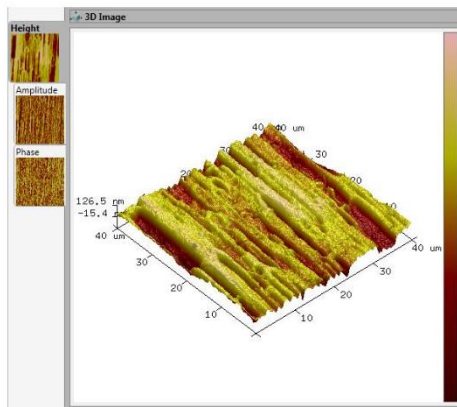
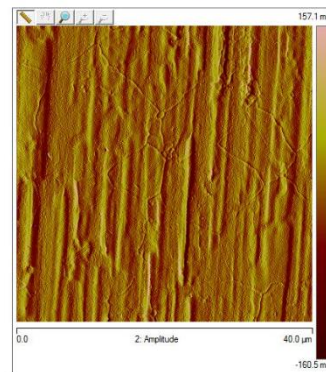
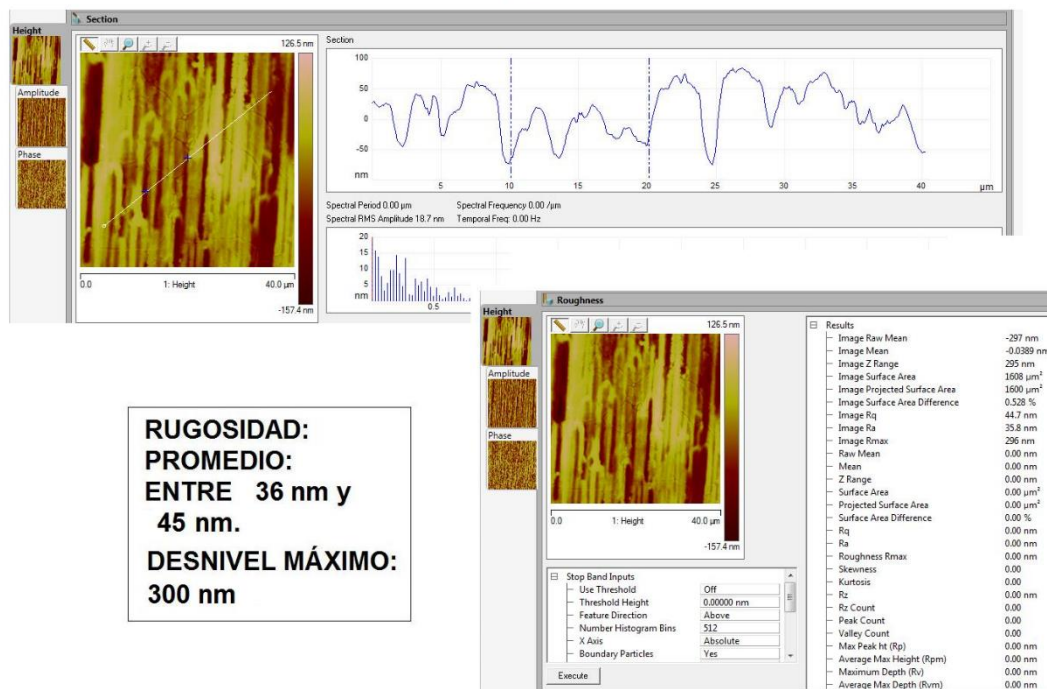


IMAGEN 2D



CORTE



Il·lustració 14 - AFM Acer 316 sense tractar

Aquí es pot veure el blanc, l'acer sense tractar. Té una rugositat petita, esperada en una superfície metàl·lica polida.

ACERO ATACADO CON HCl 10 % DURANTE 1 HORA

IMAGEN 3D

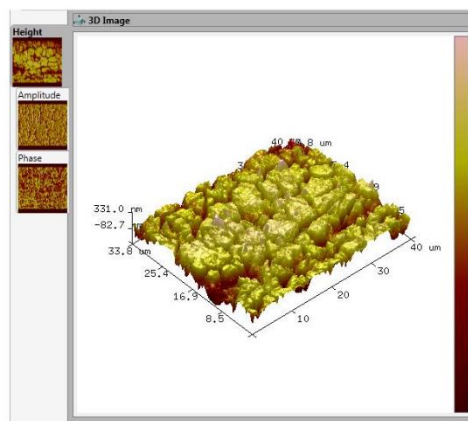
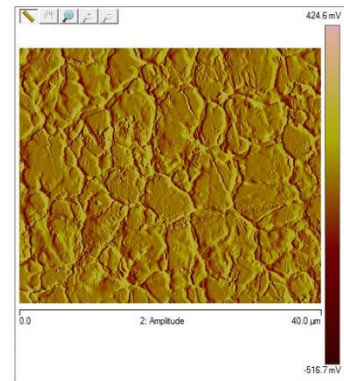
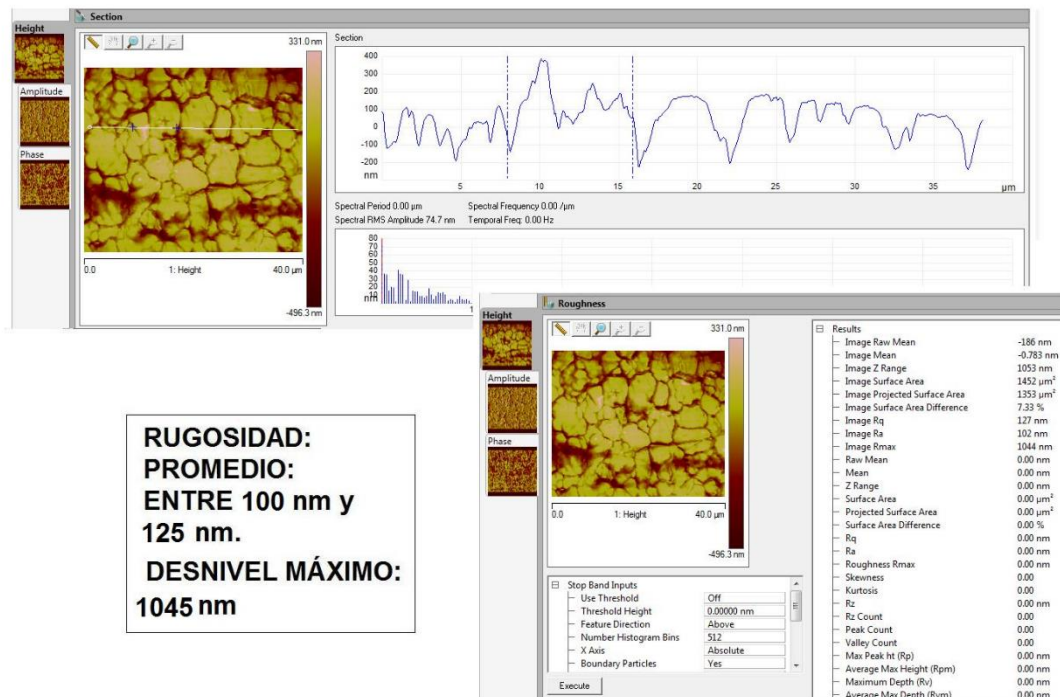


IMAGEN 2D



CORTE



**RUGOSIDAD:
PROMEDIO:
ENTRE 100 nm y
125 nm.
DESNIVEL M  XIMO:
1045 nm**

Il·lustraci3 15 - AFM Proveta 1h HCl

En aquesta placa s'hi aprecia un augment clar de la rugositat. Increment de les separacions entre grans d'acer (es a dir, atac a la zona del l  mit de gra). El perfil dels grans queda ben definit. La superf  cie presenta zones molt definides de l  mits de gra atacat, que   s on es verifiquen realment els desnivells. La superf  cie presenta aix   una morfologia amb un cert "ordre"

ACERO ATACADO CON HCl 10 % DURANTE 2 HORAS

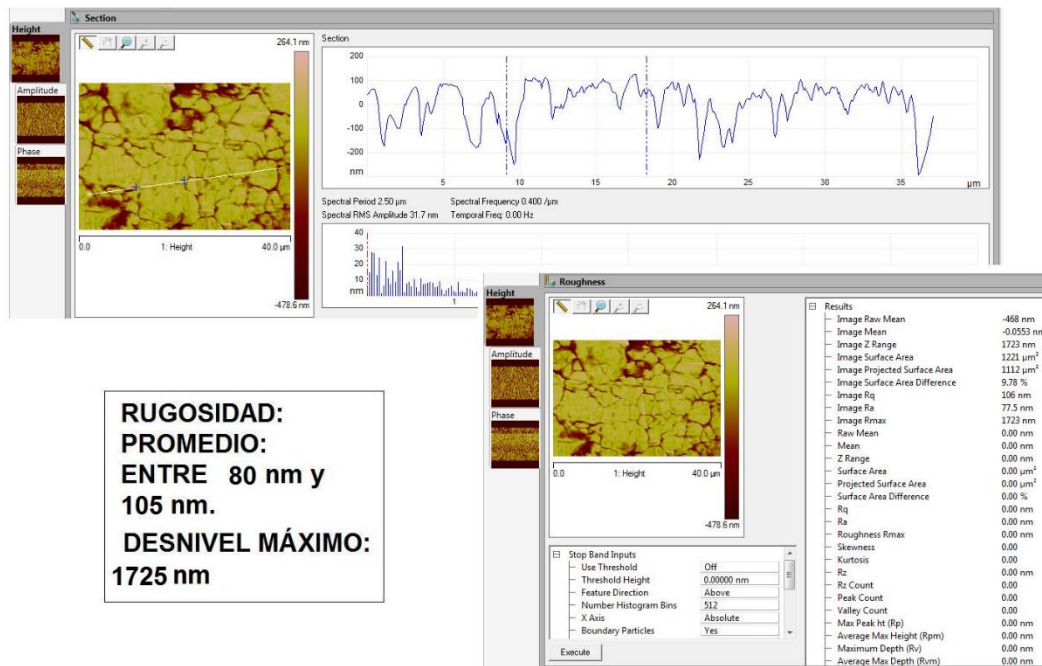
IMAGEN 3D



IMAGEN 2D



CORTE



Il·lustració 16 - AFM proveta 2 h HCl

Es pot apreciar que hi ha grans similituds entre la proveta de 2 hores i la d'una hora. Es pot aplicar el mateix que a la d'una hora d'atac.

ACERO ATACADO CON HCl 10 % DURANTE 6 HORAS

IMAGEN 3D

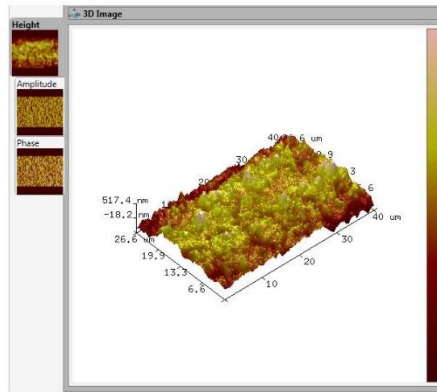
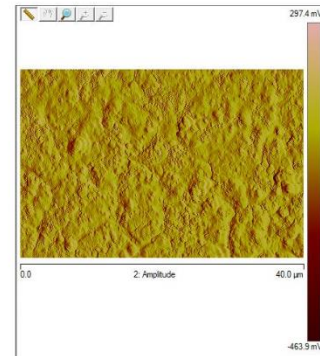
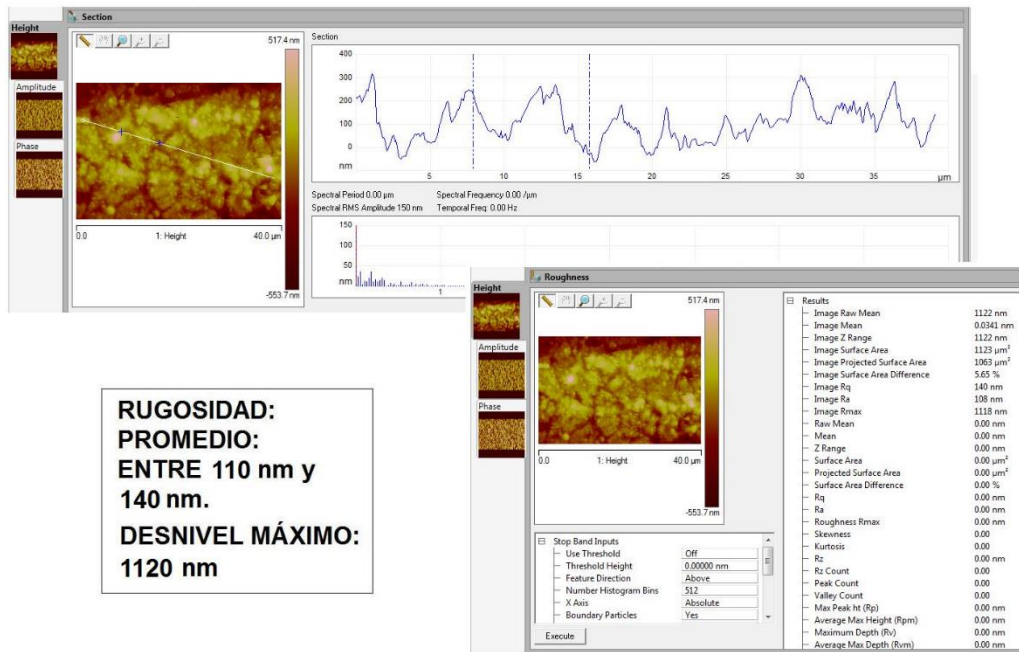


IMAGEN 2D



CORTE



**RUGOSIDAD:
PROMEDIO:
ENTRE 110 nm y
140 nm.
DESNIVEL M3XIMO:
1120 nm**

Il·lustraci3 17 - AFM proveta 6h HCl

Atac dels mateixos grans, amb un increment de la rugositat deguda a un efecte combinat dels l3mits de gra "buidats" i de les zones dels grans "foradades" per l'atac 3cid. Es detecta una rugositat superficial amb m3s aleatorietat que en el cas d'una hora. Les discontinu3itats entre zones agregades de l'acer son en proporci3 m3s grans i desordenades. L3mits de gra destru3ts i atac al gra.

ACERO ATACADO CON HCl 10 % DURANTE 24 HORAS

IMAGEN 3D

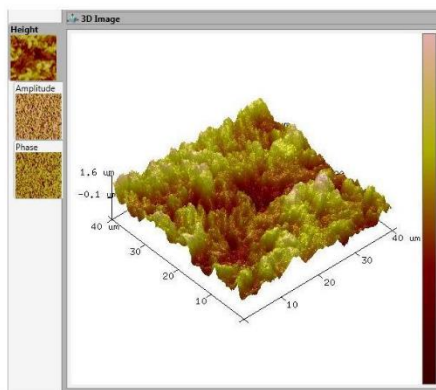
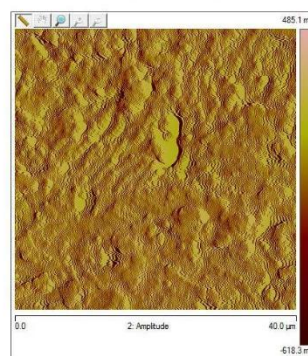
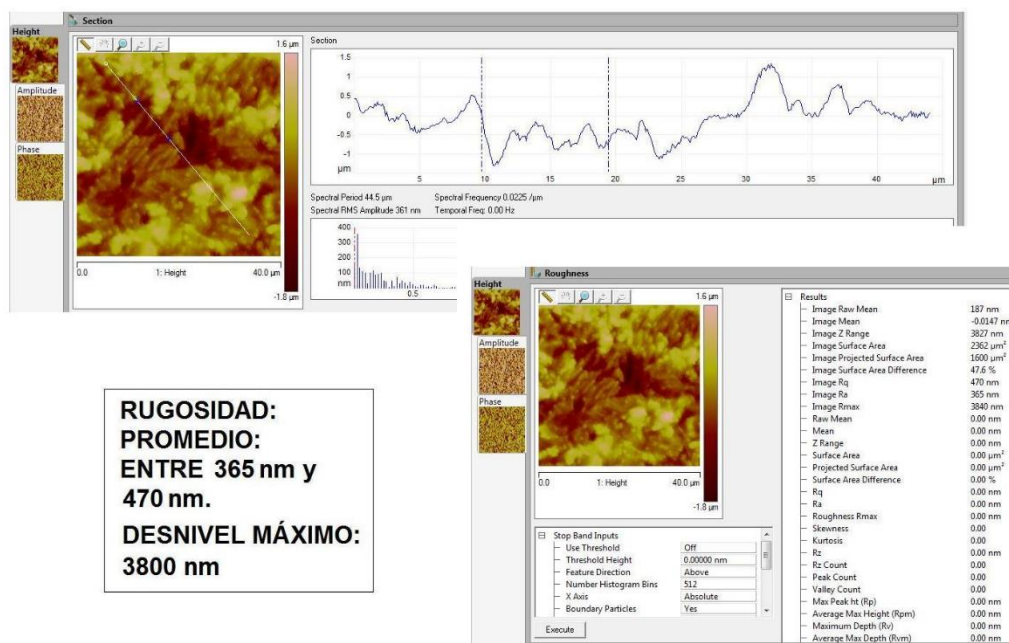


IMAGEN 2D



CORTE



Il·lustració 18 - AFM proveta 24h HCl

Atac total de la superfície de l'acer a microescala. Total desaparició dels límits de gra, i aquí la desaparició del metall es produeix per dissolució total dels grans, de forma totalment aleatòria. Es verifica un clar increment de la rugositat, i les discontinuïtats apareixen amb total desordre, mostrant una morfologia caòtica amb "simes" de "gran fondària". Superfície abrupte i desordenada.

ACERO ATACADO CON HCl 10 % - MUESTRA 2

IMAGEN 3D

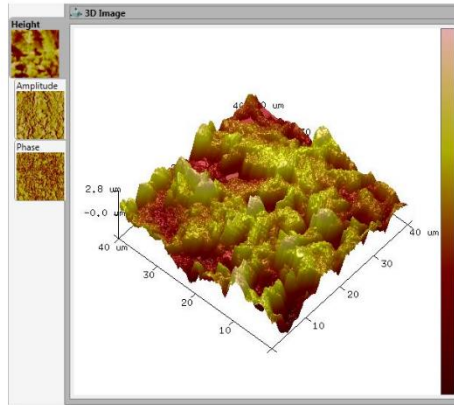
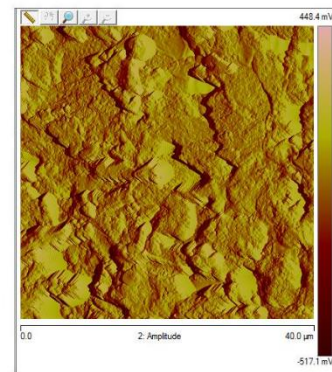
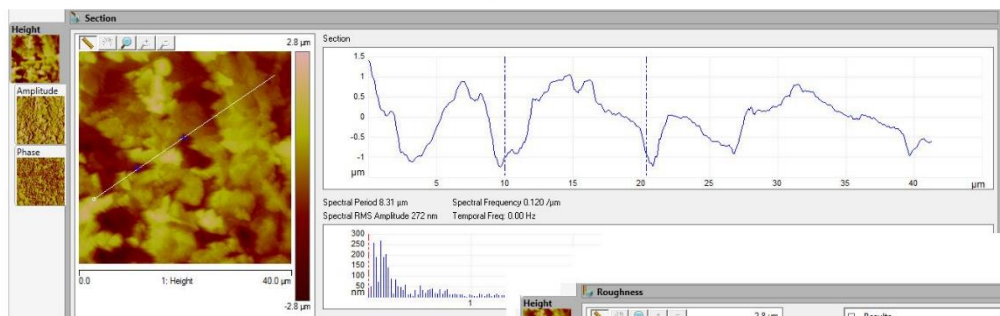


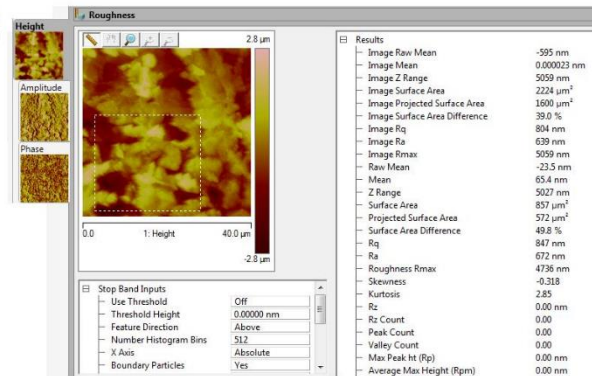
IMAGEN 2D



CORTE



**RUGOSIDAD:
PROMEDIO:
ENTRE 650 nm y
850 nm.
DESNIVEL MÁXIMO:
5 MICRAS**



Il·lustració 19 - AFM 7 dies HCl

Es pot apreciar una rugositat molt gran en la placa de 7 dies. Els desnivells són aleatoris i els desnivells massa grans. S'inclou com a mostra de la progressió dels efectes del HCl.

ACERO ATACADO CON HCl 10 % - MUESTRA 3

IMAGEN 3D

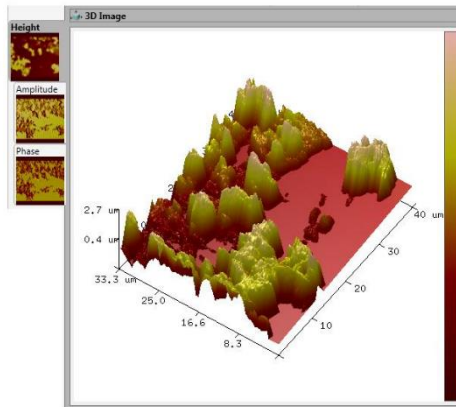
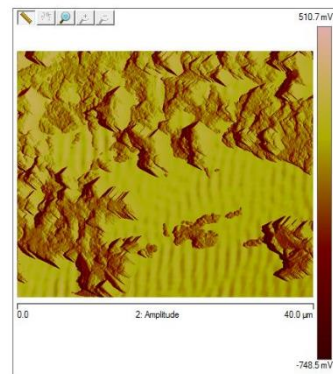


IMAGEN 2D



NOTA: COMO PUEDE VERSE EN LAS IMÁGENES 2D Y 3D, EL DESNIVEL AQUÍ SUPERA LA CAPACIDAD DEL AFM PARA MEDIRLO, QUEDANDO LA MICROGRAFÍA "CORTADA", NO PUDIÉNDOSE CUANTIFICAR LA RUGOSIDAD, NI SE PUEDEN OBTENER "CORTES" REPRESENTATIVOS.

Il·lustració 20 - AFM 10 dies HCl

5.1.4. Presa de decisions

Amb els resultats de les imatges per AFM podem entre veure que hi ha com 3 tipus de morfologia que podem treure amb l'atac del HCl:

- Atac sobre els límits de gra.
- Destrucció dels límits de gra i atac sobre els grans.
- Atac final sobre tota la microestructura del acer i la seva posterior destrucció . Superfície abrupte i desordenada.

Així doncs es va determinar que els casos a estudi amb PEDOT serien: Blanc, 1 hora, 6 hores i 24 hores.

6. Tercera Fase Experimental

En aquesta fase es van generar les mostres atacades amb HCl dels temps determinats a la fase anterior i es va electrodepositar PEDOT sobre les mateixes, per treure una caracterització tan estructural com de resposta elèctrica.

6.1. Materials i mètode

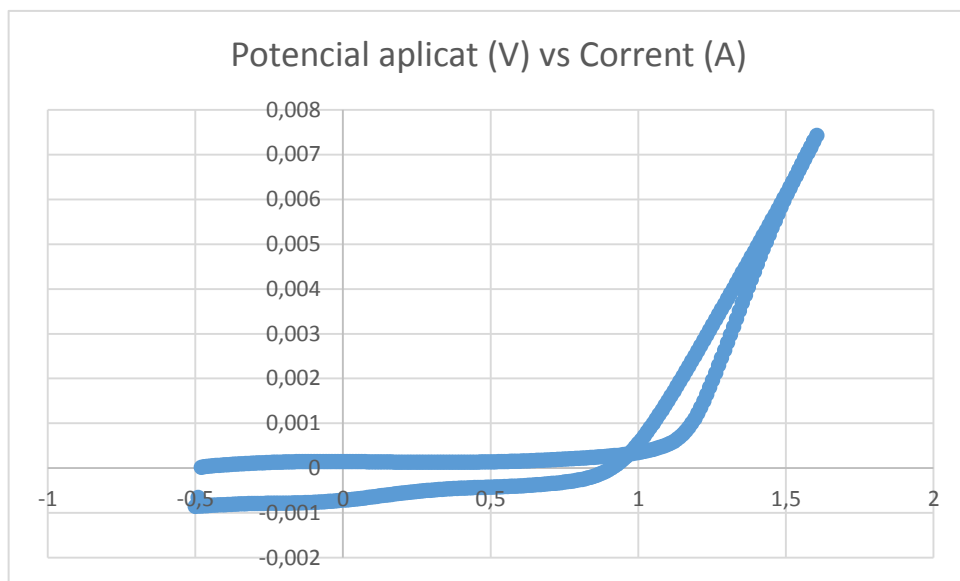
6.1.1. Reactius

- Acer AISI 316: Acer inoxidable austenític al molibdè. Excel·lents propietats anticorrosives pràcticament front de qualsevol agent corrosiu a altes concentracions i fins a temperatures d'uns 300°C. D'extens ús industrial per a tot tipus de funcions, des de indústria farmacèutica, passant per arquitectura fins a aplicacions en marina.
- Àcid Clorhídric: L'HCl és un dels àcids pròtics amb més ús industrial i domèstic. Es farà servir com a reactiu al 38% com a agent d'atac químic.
- EDOT: és el monòmer 3,4-etilendioxitiófé, necessari per a la síntesis de PEDOT.
- Acetonitril: Emprat com a dissolvent polar no pròtic el fan ideal per a ser el medi de la electrodeposició.
- Perclorat de liti: LiClO_4 , sal necessària per a mantenir l'equilibri elèctric de carregues amb el PEDOT al iniciar els cicles redox.
- Nitrogen gas: Necessari per a crear una atmosfera deficient en oxigen per a evitar possibles oxidacions.

6.1.2. Mètode

- Es va prepara una dissolució 0,1 M de LiClO_4 amb una 10,67 μl d'EDOT.
 1. En un vas de 40 ml precipitats es avoquen uns 10 ml d'Acetonitril.
 2. Amb un pesa mostres i amb la balança de precisió es pesen 0,1086 g de LiClO_4
 3. En un matràs aforat de 10 ml s'avoca la pesada del LiClO_4 i amb una pipeta Pasteur amb acetonitril es neteja les restes de LiClO_4 .
 4. Amb una micropipeta es pipeteja 10,67 μl d'EDOT prèviament a temperat a temperatura ambient uns 10 minuts. S'ha de procurar que les gotes d'EDOT caiguin al centre del acetonitril i no que rellisquin per les parets.
 5. S'enrasa el matràs amb acetonitril.

- Es prepara el muntatge del potenciostat tal i com s'aprecia a la figura 4
 1. En una cel·la especial de vidre s'hi avoca els 10 ml de la dissolució preparada, i es fixe amb el seu suport al peu que el subjecta. S'ha de col·locar una brida de color blanc especial per que encaixi amb el sistema de subjecció.
 2. Es tapen tots els forats menys un del suport de la cel·la amb uns taps de goma especials i pel forat restant s'hi bombolleja mitjançant una pipeta Pasteur nitrogen gas uns 10 minuts. Treure la pipeta i tapar l'últim forat amb un cinquè tap.
 3. Netejar un elèctrode de referencia amb aigua destil·lada i s'ha eixuga amb cura amb paper. Traiem el tap de la part posterior del suport i amb cura posem l'elèctrode de referencia fins que entri en contacte amb la dissolució.
 4. Agafar dos plaques d'acer AISI 316 que es fan servir com a elèctrode de treball i contra elèctrode, indistintament, i netejar-les fins que no tinguin cap taca amb acetona i paper. Agafar dos taps especials per al suport amb talls practicats per a poder introduir les plaques i posar-les dins de la cel·la sense perdre el nitrogen. Amb l'ajut dels dos taps posar les dues plaques netes dins de la dissolució amb les dues cares més polides enfrontades. La placa de la esquerra, per conveni, serà el contra elèctrode i el posarem fins que toqui el fons de la cel·la. La placa de la dreta, per conveni, serà el elèctrode de treball i el posarem un dit més amunt que el contra elèctrode.
 5. Connectarem els cables. El elèctrode de referencia amb el blau. El contra elèctrode amb el negre. El elèctrode de treball amb el vermell. El verd amb una massa, usualment un cargol. Vigilar que cap cable faci contacte amb cap altre per error.
 6. Encendre el PC i arrencar el programa NOVA. Amb l'ajut del programa i el potenciostat fixarem un cicle de voltamperometria per constatar que la dissolució te un comportament correcte. Amb valor de voltatge aplicat de -0.5V a 1.5 V.



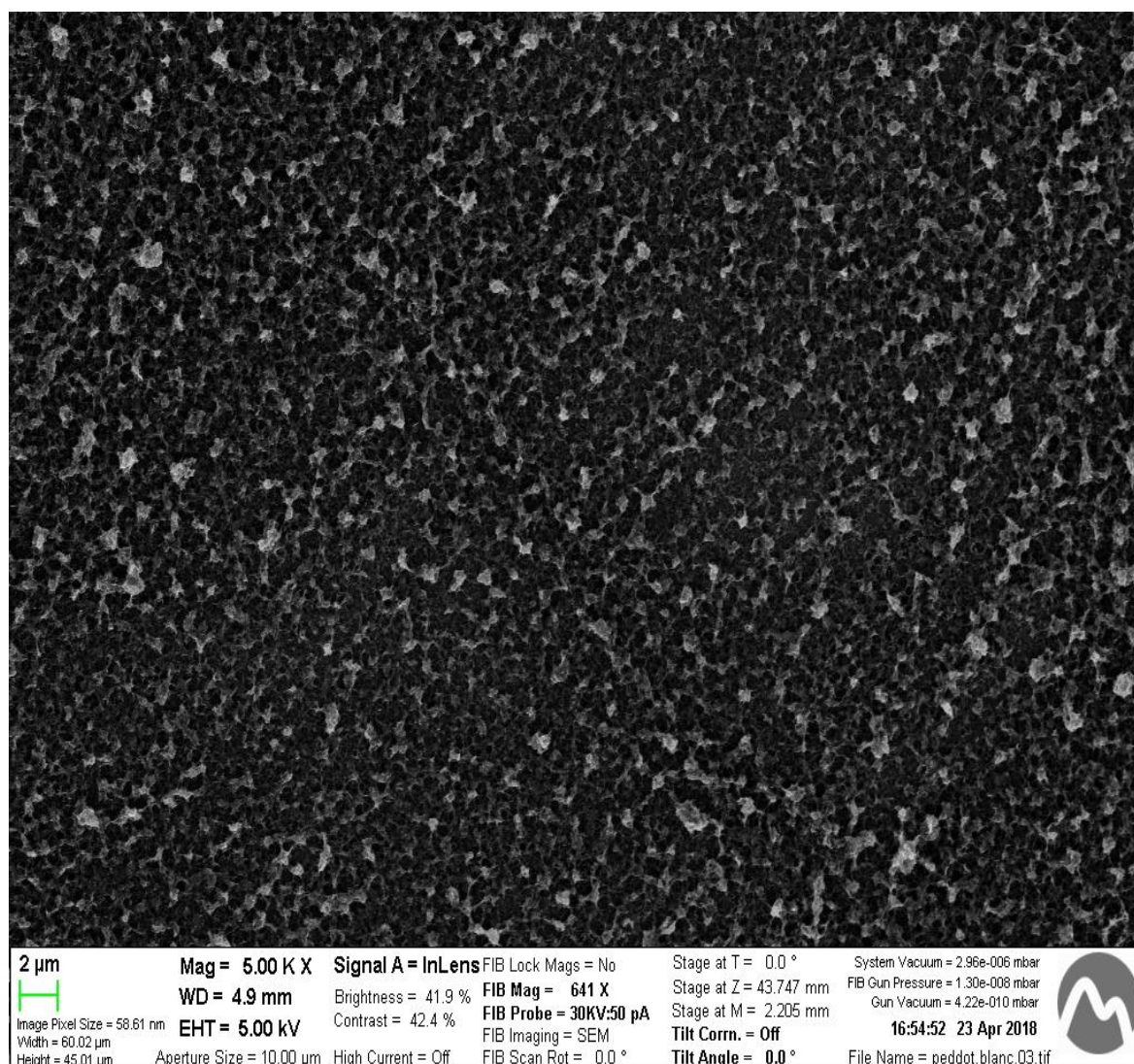
7. Es retiraran les dues plaques d'acer i es taparan els forats amb els taps. Es netejaran amb paper i acetona. La més neta de les dues es farà servir com a contra elèctrode. S'introduirà a la cel·la amb un aplicador especial una placa d'acer de 1cm² com a elèctrode de treball. En aquesta placa és on es disposarà el PEDOT. Es connectaran tots els cables correctament.
 8. Amb l'ajut del NOVA i el potenciostat es procedirà a la electrogeneració del PEDOT sobre la placa. És en aquest moment quan fixarem la carrega de electrogeneració. En aquesta experiència es faran servir gruixos de PEDOT de 0.05C, 0.1C, 0.3C i 1C. Es farà les 4 carregues de electrogeneració tant per al blanc, com per a cada temps d'atac, sent 16 mostres en total.
 9. Un cop eletrogenerat el PEDOT amb guants i amb cura es disposarà en un recipient individual on es cobrirà amb acetonitril per evitar que es malmeti amb l'aire.
- Es sotmetrà cada placa de PEDOT a una voltamperometria per a comprovar les seves propietats elèctriques. El procediment es exactament igual al anterior del punt 1 al punt 7 amb la diferencia de que no s'hi introduirà EDOT a la dissolució.
 1. Un cop feta la dissolució i comprovat la seva resposta es procedirà a fer un CV
 2. Amb tot el aparell muntat i la placa del contra elèctrode neta, s'introduirà la placa amb PEDOT com a elèctrode de treball. Es fixarà una CV amb 50 cicles per a comprovar les seves propietats.

6.1.3. Caracterització

Amb les CV de totes les plaques es poder determinar les seves respostes elèctriques. No obstant es van fer 4 mostres addicionals, una per a cada temps d'atac i blanc, de 0.1C de generació sense passar per CV per a fer AFM per a caracteritzar morfològicament el PEDOT i el efecte de la placa tractada. Es van dur 4 mostres més de PEDOT sense fer CV per a fer un SEM. Tant les mostres de AFM con les de SEM es van deixar 24h en un dessecador abans de fer les corresponents lectures.

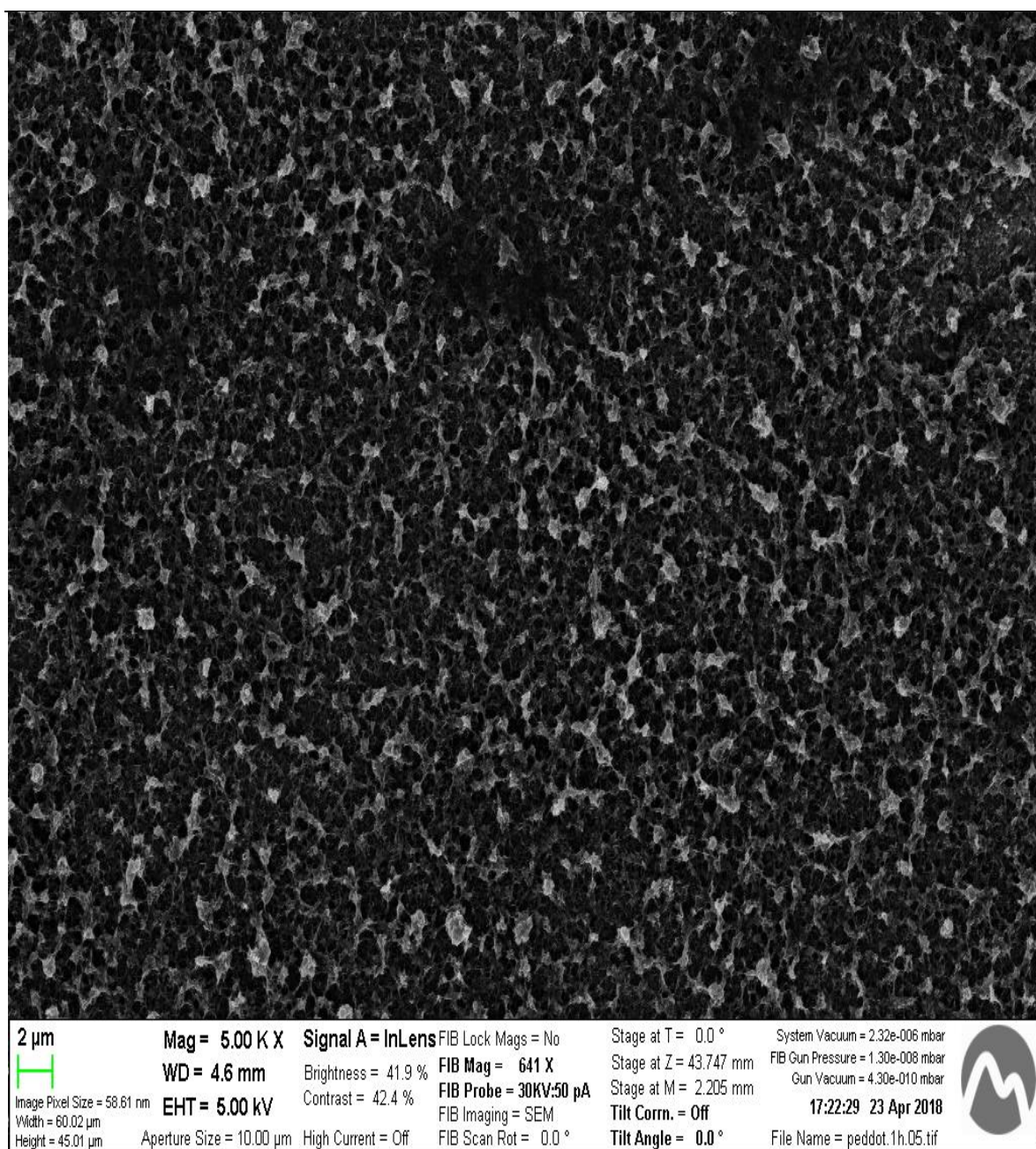
6.1.3.1. SEM

Tot i que la informació que ens aporta el SEM es vertical a la mostra examinada i el focus d'estudi d'aquest treball es més morfològic, horitzontal, el SEM va aportar les següents imatges.

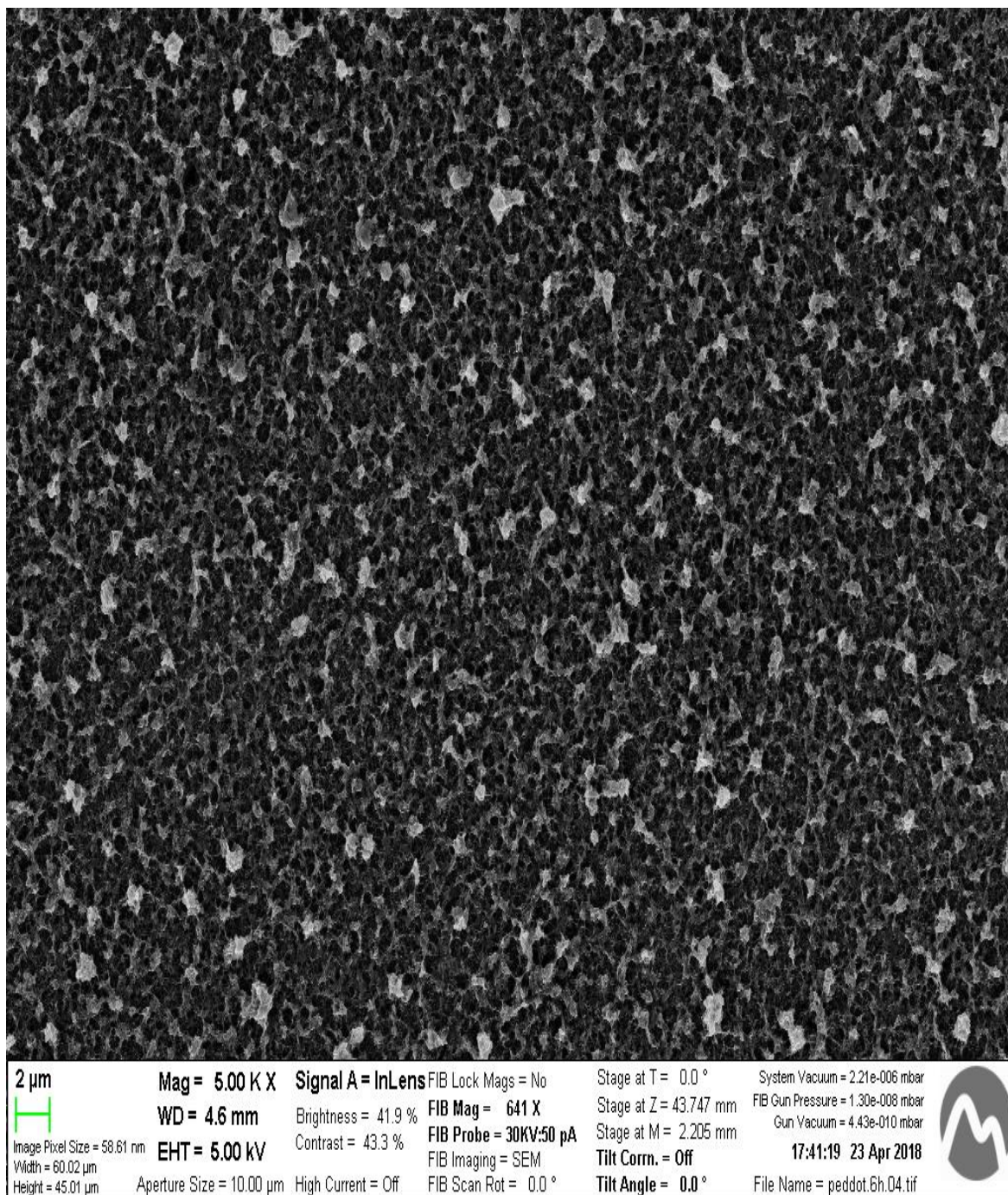


Il·lustració 21 - SEM Blanc PEDOT

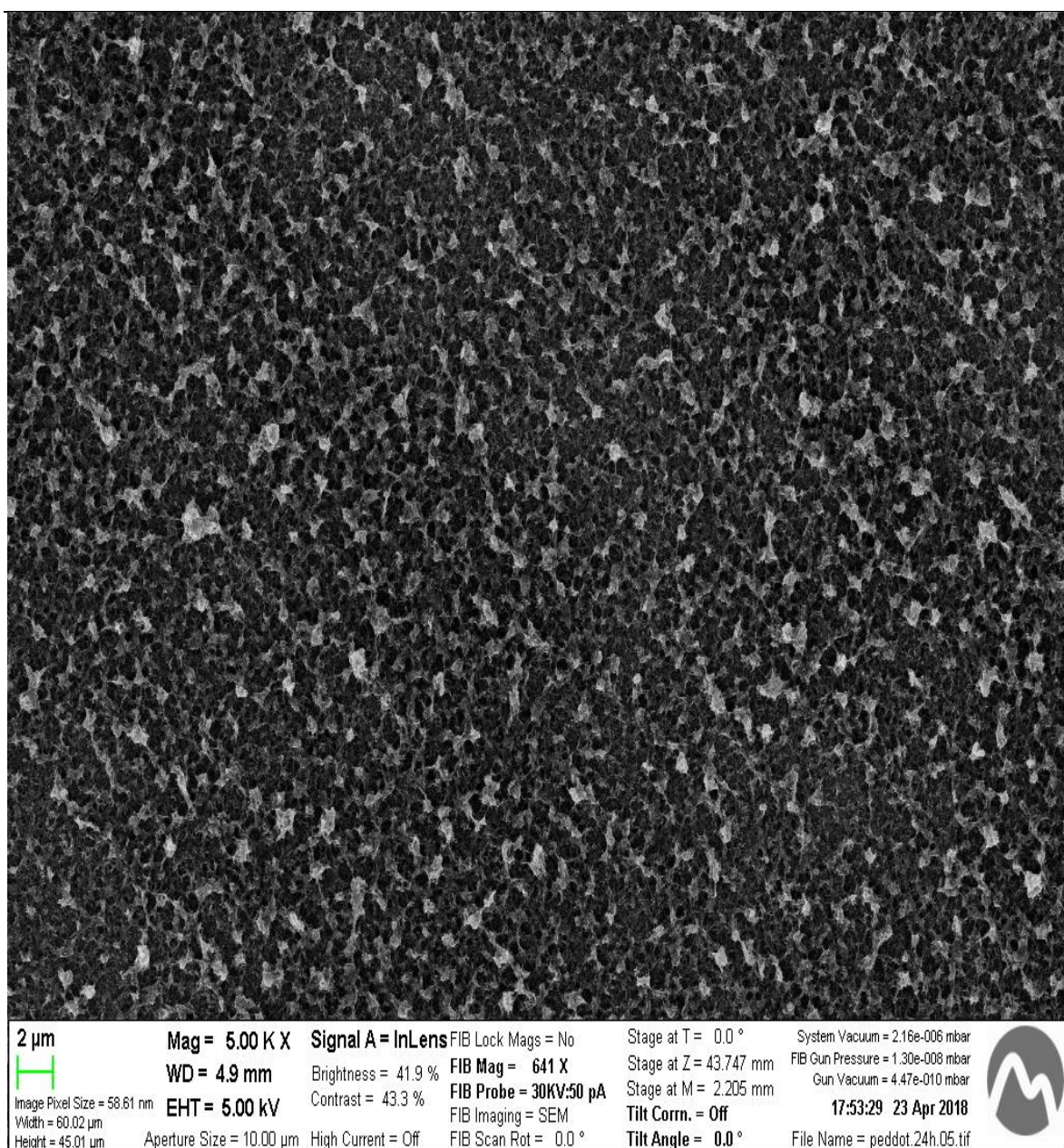
OBTENCIÓN DE FILMS DE POLÍMEROS CONDUCTORES DE ALTA CAPACITANCIA POR ELECTROGENERACIÓN SOBRE
ELECTRODO DE ACERO DE SUPERFICIE ACTIVADA



Il·lustració 22 - SEM 1h PEDOT



Il·lustració 23 - SEM 6 h PEDOT

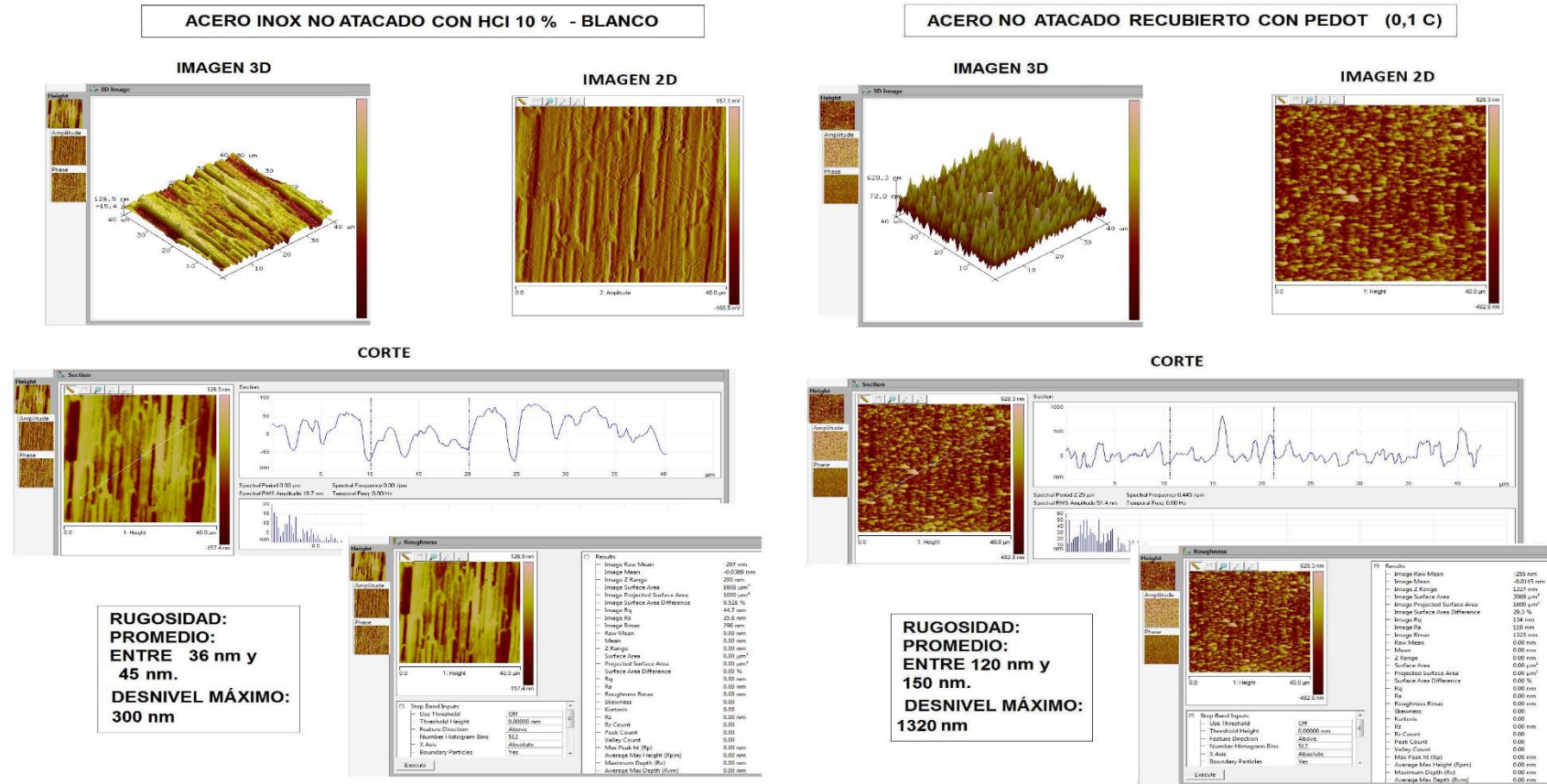


Il·lustració 24 - SEM 24h PEDOT

Com es pot veure a les imatges s'aprecia el PEDOT en totes elles i com forma els seus característics nòduls i replegaments. Es pot apreciar també com la concentració d'aquest nòduls cada cop es més gran segons van augmentant les hores d'atac.

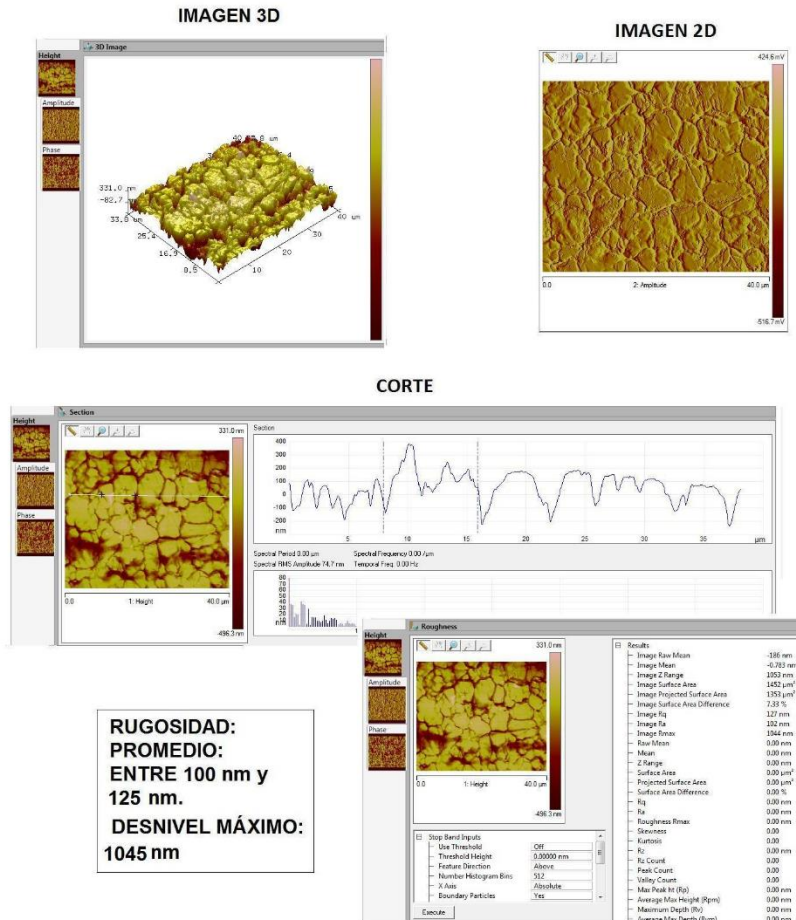
6.1.3.2. AFM

El AFM va portar una visió topogràfica de com responia el PEDOT a les plaques

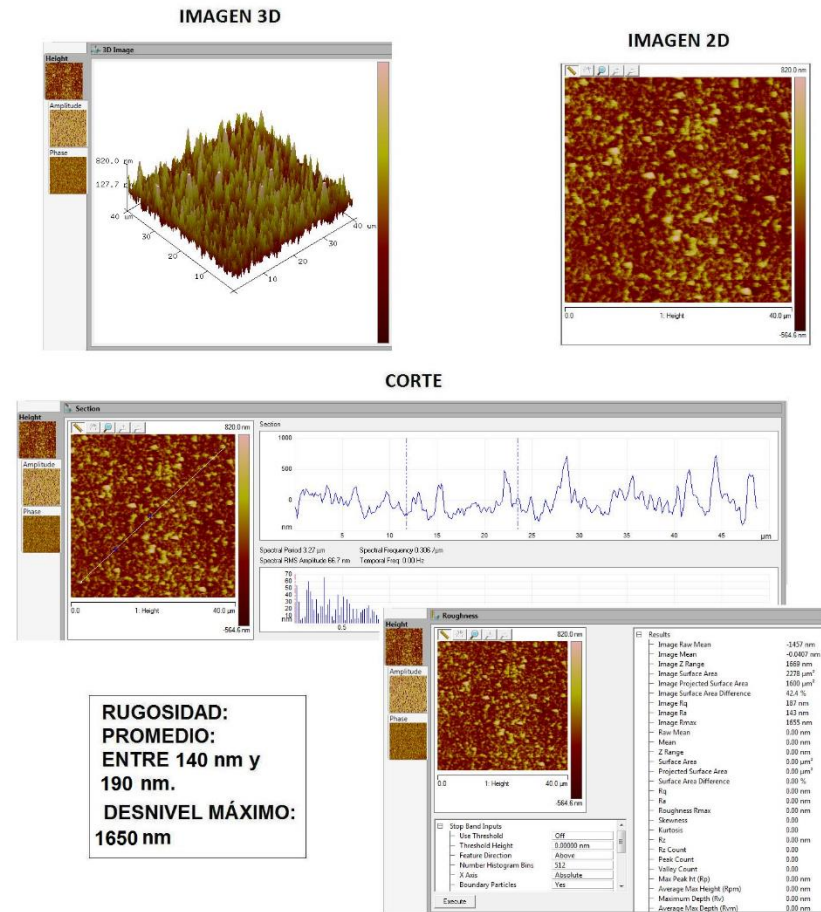


Il·lustració 25 - AFM BLANC i BLANC 0.1C

ACERO ATACADO CON HCl 10 % DURANTE 1 HORA

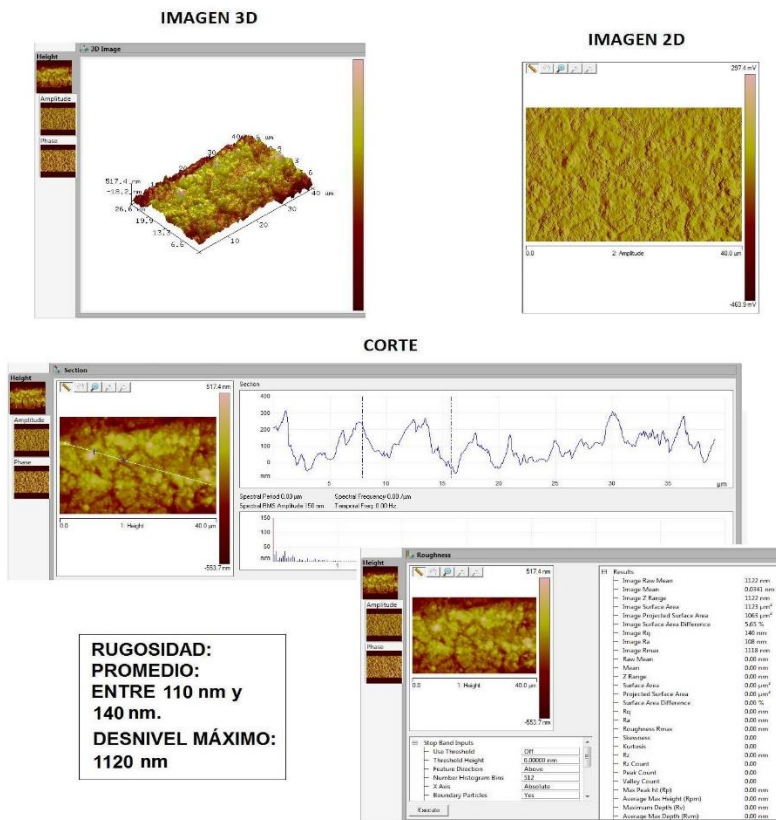


ACERO ATACADO 1 H RECUBIERTO CON PEDOT (0,1 C)

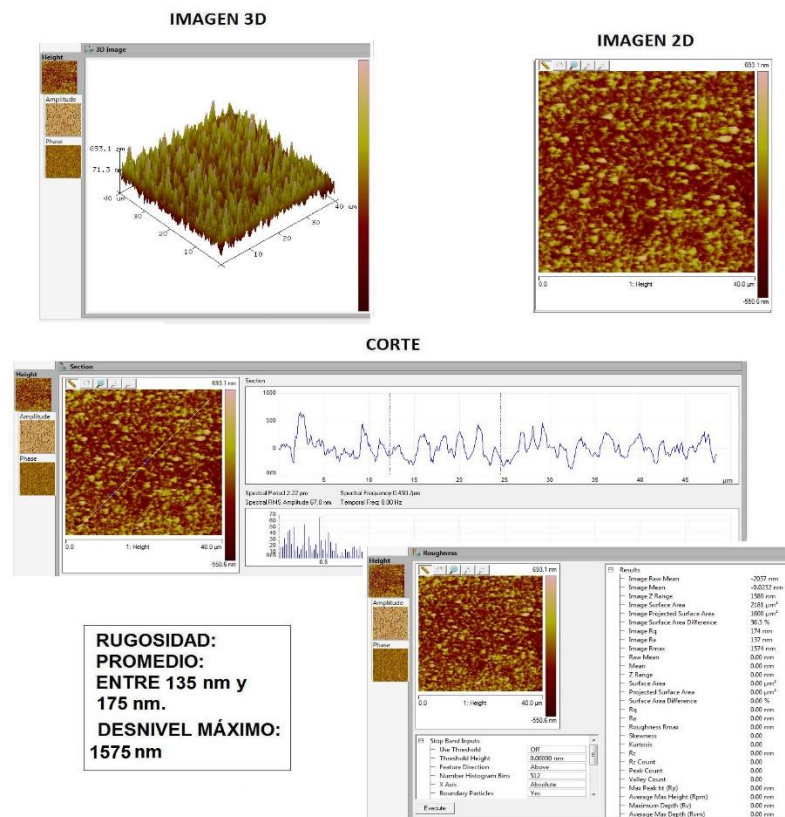


Il·lustració 26 - AFM 1h i 1h amb PEDOT

ACERO ATACADO CON HCl 10 % DURANTE 6 HORAS



ACERO ATACADO 6 H RECUBIERTO CON PEDOT (0,1 C)



Il·lustració 27 - AFM 6h i 6h PEDOT

ACERO ATACADO CON HCl 10 % DURANTE 24 HORAS

IMAGEN 3D

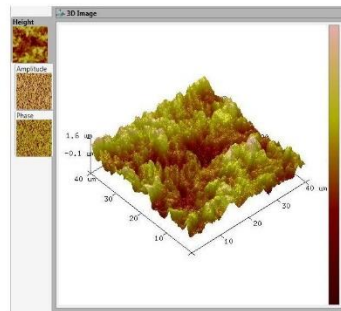
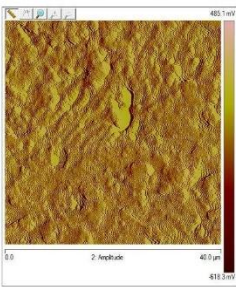
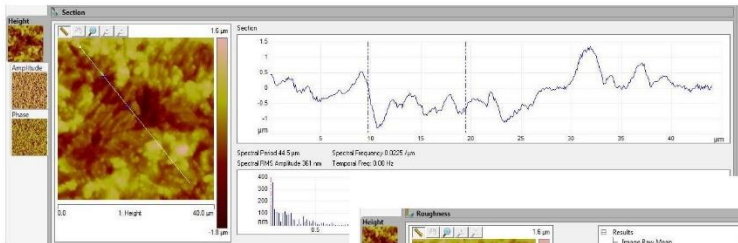


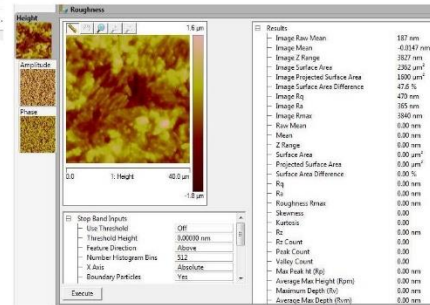
IMAGEN 2D



CORTE



RUGOSIDAD:
PROMEDIO:
ENTRE 365 nm y
470 nm.
DESNIVEL MÁXIMO:
3800 nm



ACERO ATACADO 24H RECUBIERTO CON PEDOT (0,1 C)

IMAGEN 3D

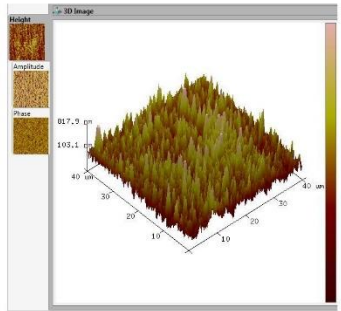
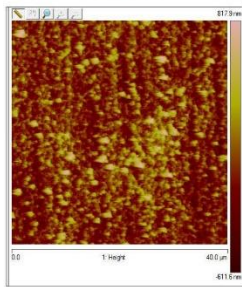
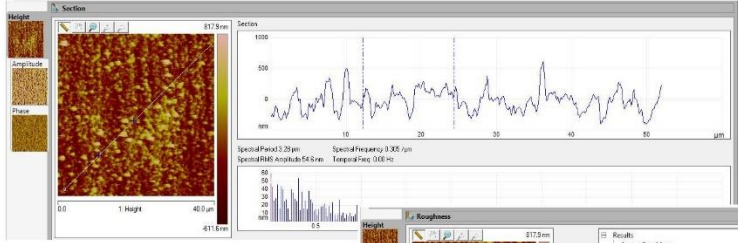


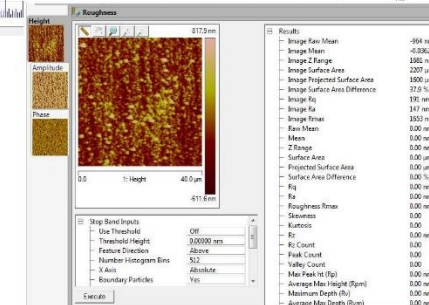
IMAGEN 2D



CORTE



**RUGOSIDAD:
PROMEDIO:
ENTRE 145 nm y
190 nm.
DESNIVEL MÁXIMO:
1650 nm**

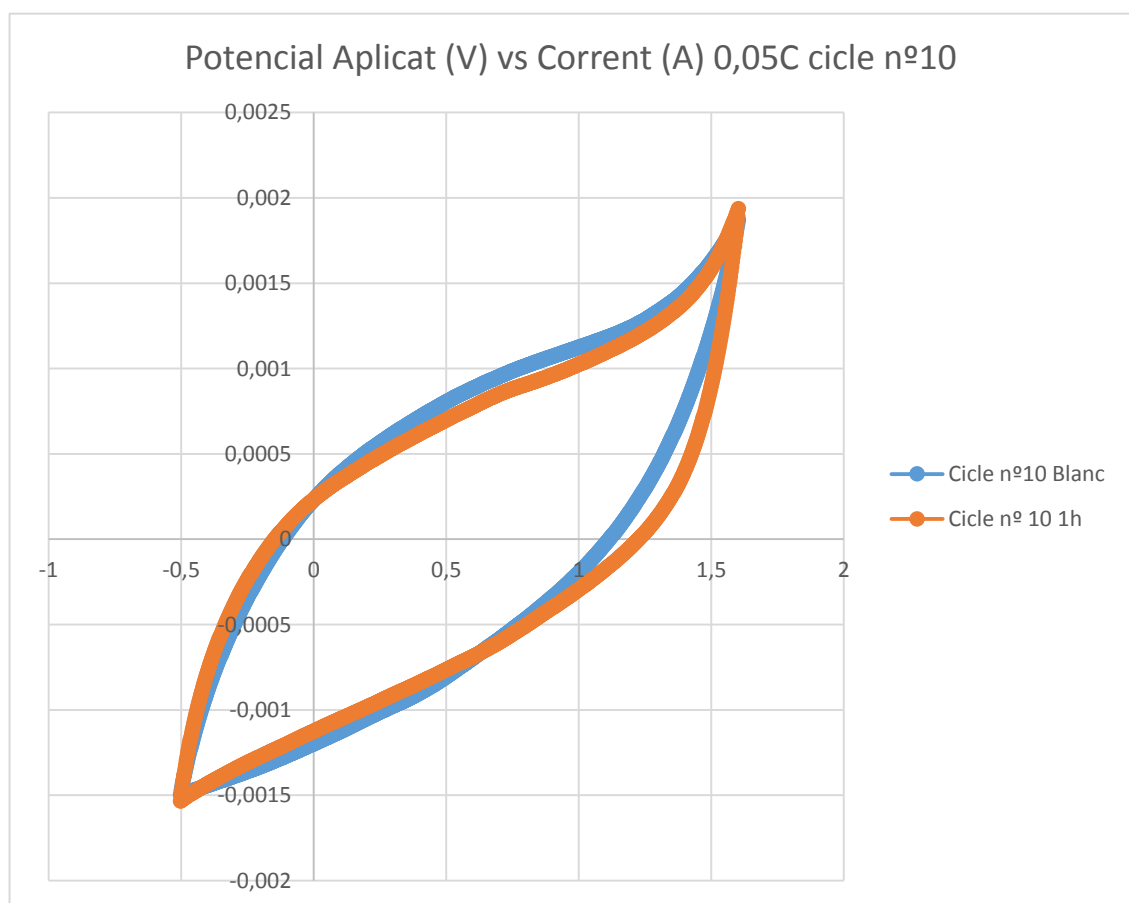


Il·lustració 28 - AFM 24h i 24h PEDOT

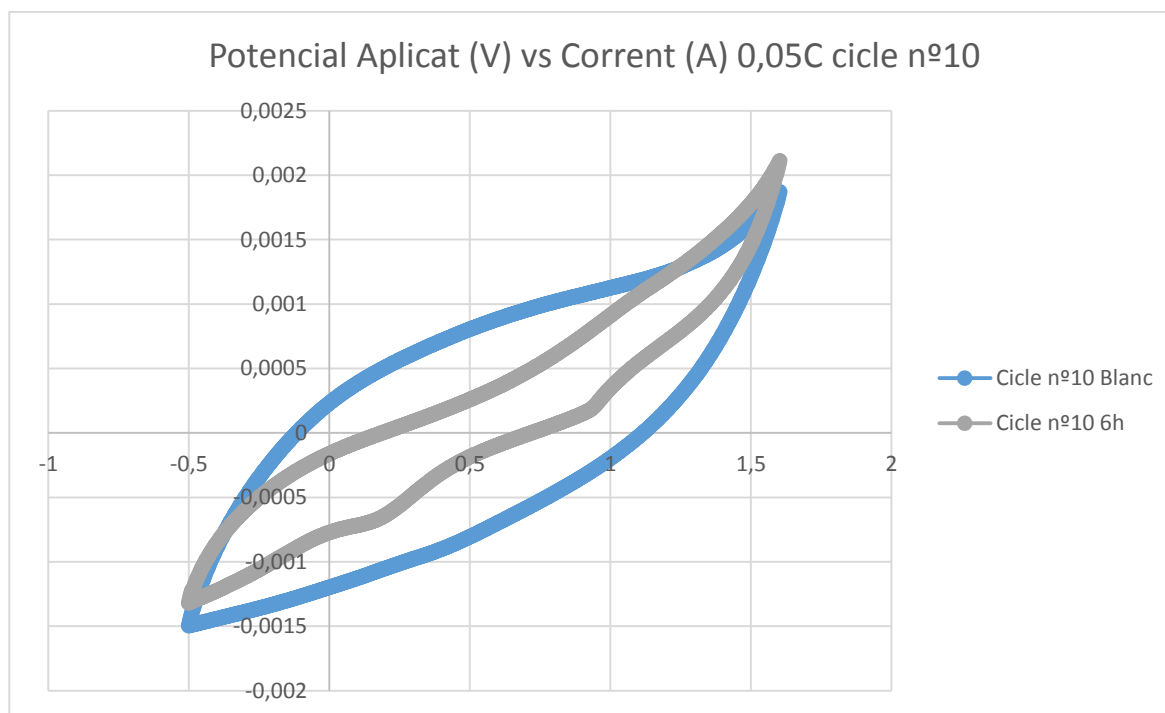
Amb les imatges per AFM s'aprecien les tres tipus d'estructures comentades prèviament. Primerament podem veure com a les 4 mostres la rugositat mitja del PEDOT és molt similar independentment del substrat. A les 4 mostres sense PEDOT s'aprecien uns valors de rugositat diferents entre si en funció del temps d'atac, però després de generar PEDOT a sobre les rugositats queden molt similars. Això significa que el PEDOT té el seu propi patró de generació d'estructures. El que sí que s'aprecia és com segons van passant les hores d'atac l'estructura del AFM del PEDOT canvia. En les mostres de 1h i 6h el PEDOT té molts pics i apareixen punts puntuals on hi ha menys PEDOT. A la mostra de 24h s'aprecien petits estrats de diferents alçades on el PEDOT es diposita, donant lloc a una disparitat d'alçades per regions.

6.1.3.3. CV

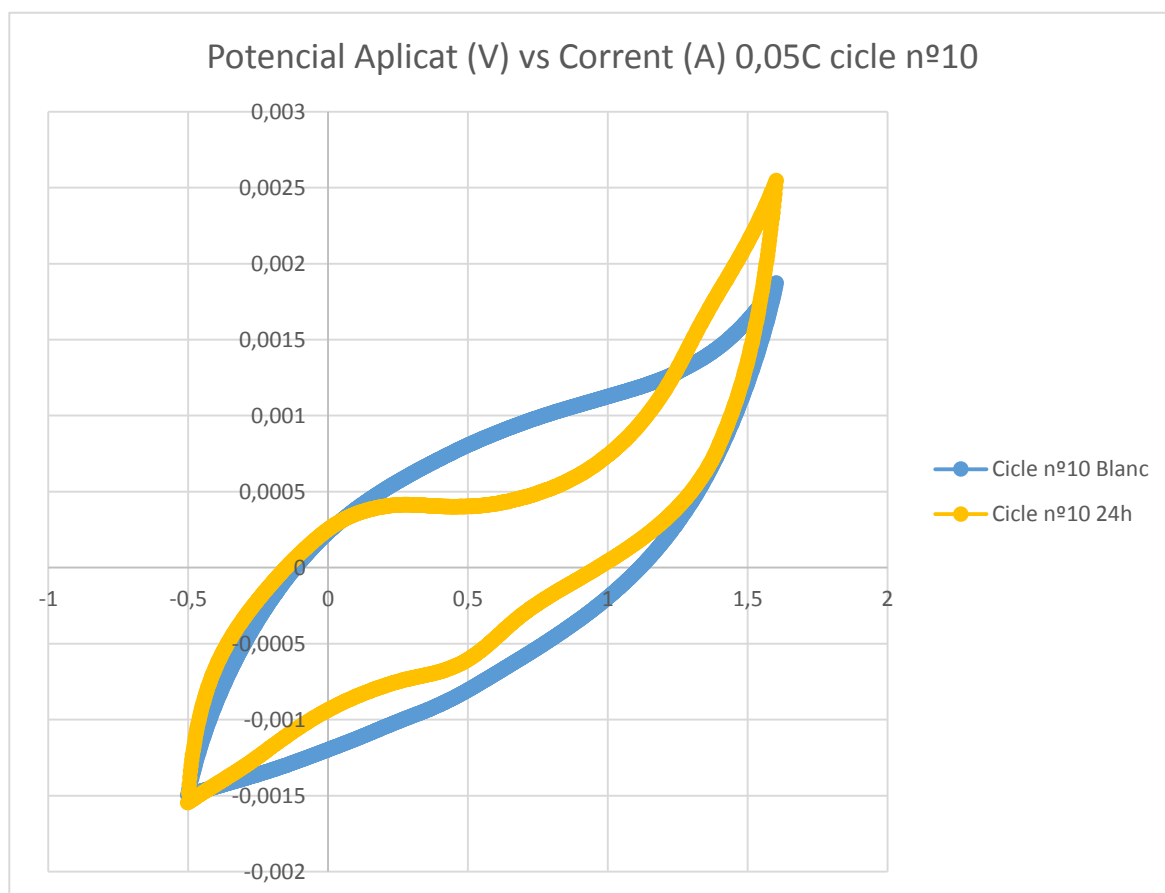
Amb les voltamperometries cíclics es van caracteritzar les propietats elèctriques de les plaques. A continuació es mostren les gràfiques del voltatge aplicat contra el corrent. Per a facilitar la comparació de cada una d'elles es mostra en un gràfic apart amb el blanc de la mateixa carrega de electrogeneració.



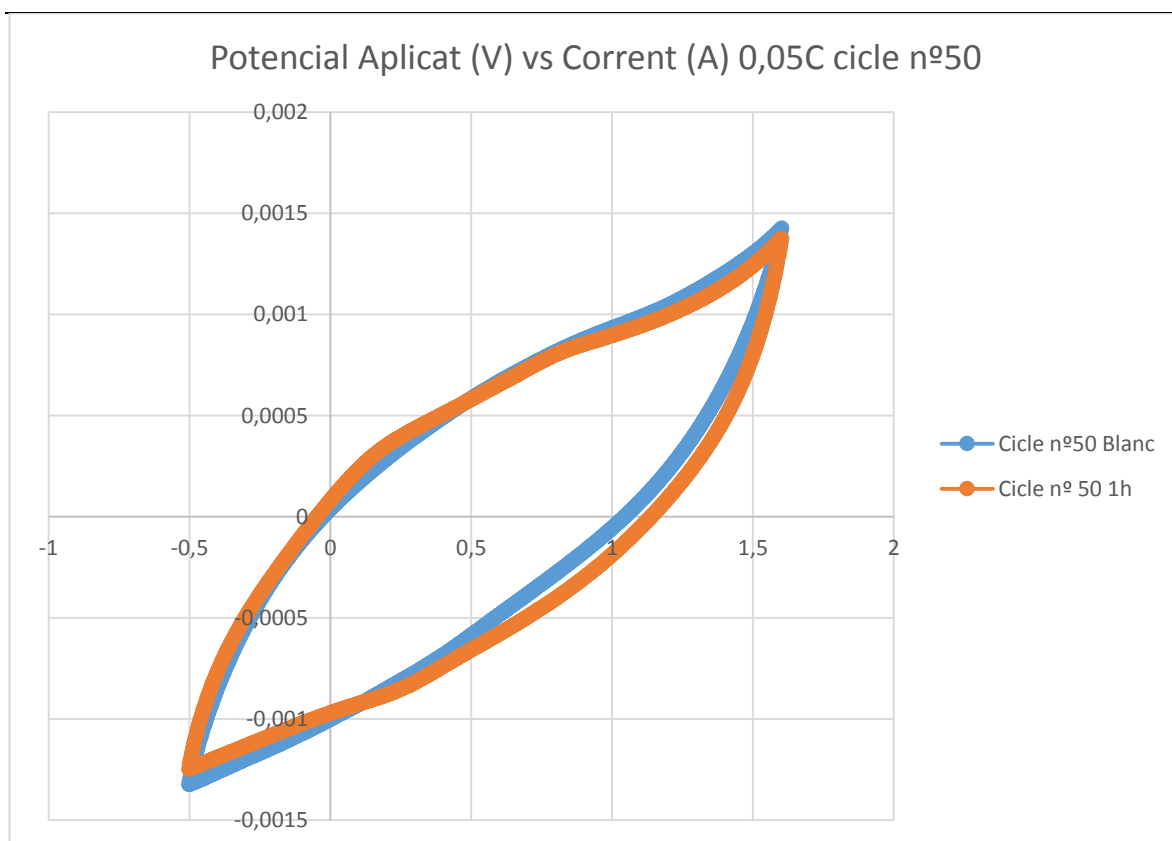
Il·lustració 29 - CV V vs A 0,05C cycle nº 10



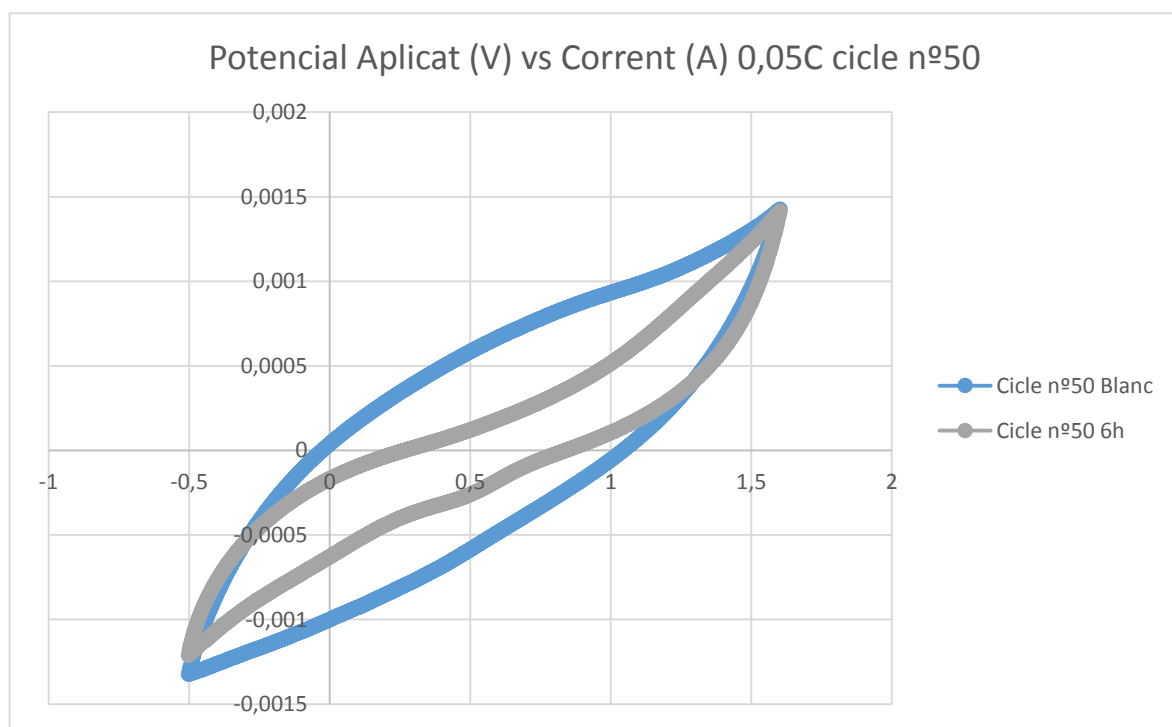
Il·lustració 30 - CV V vs A 0,05C cycle nº 10



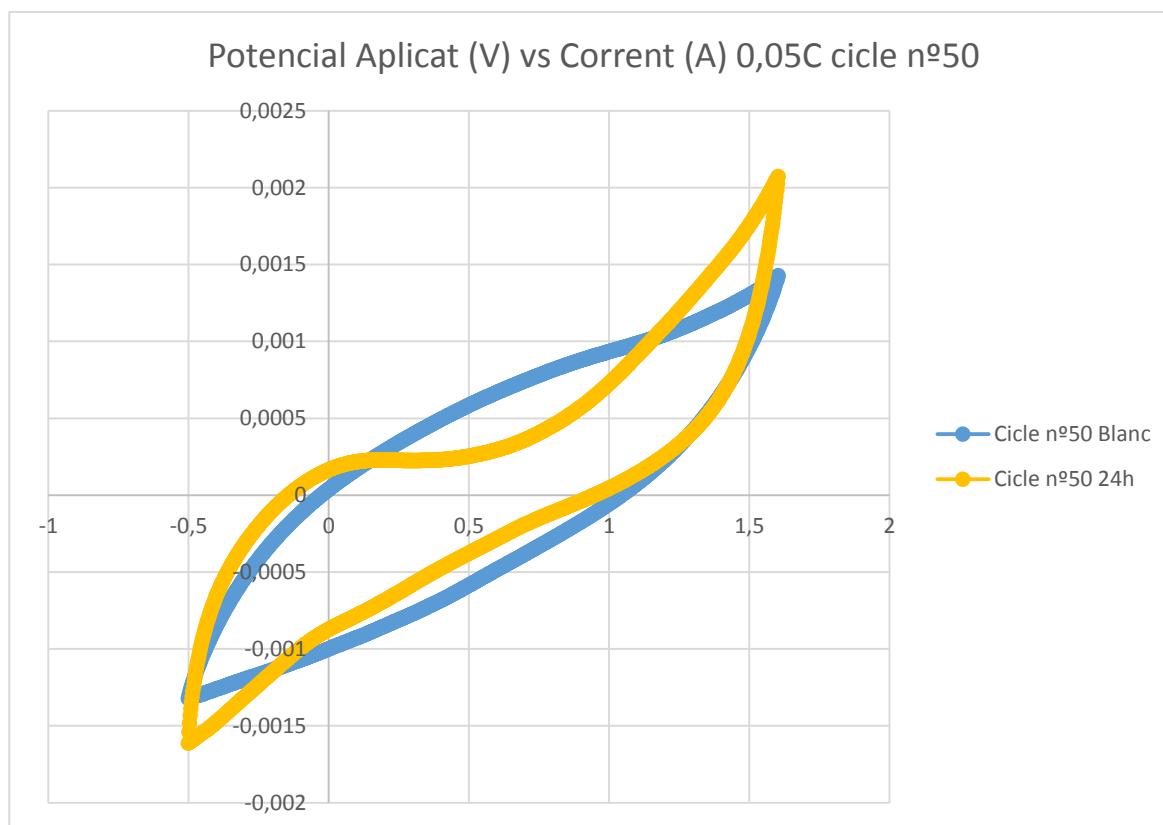
Il·lustració 31 - CV V vs A 0,05C cycle nº 10



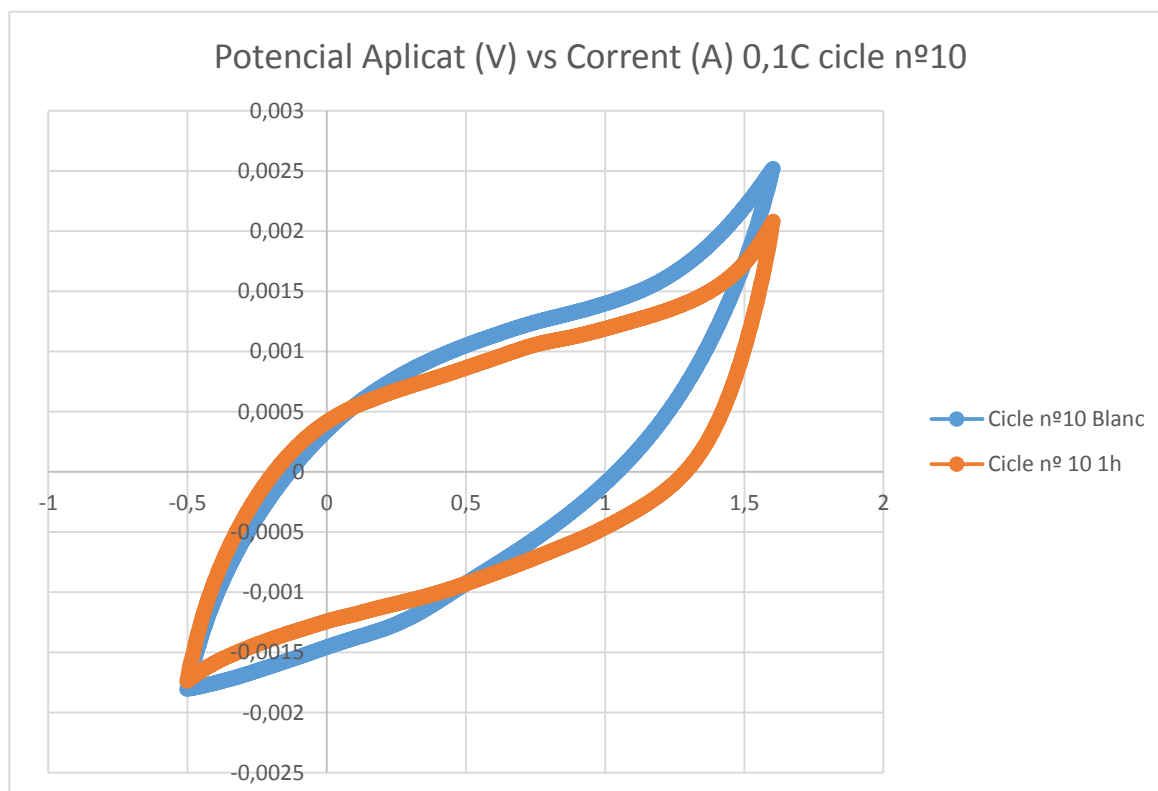
Il·lustraci3 32 - CV V vs A 0,05C cycle n50



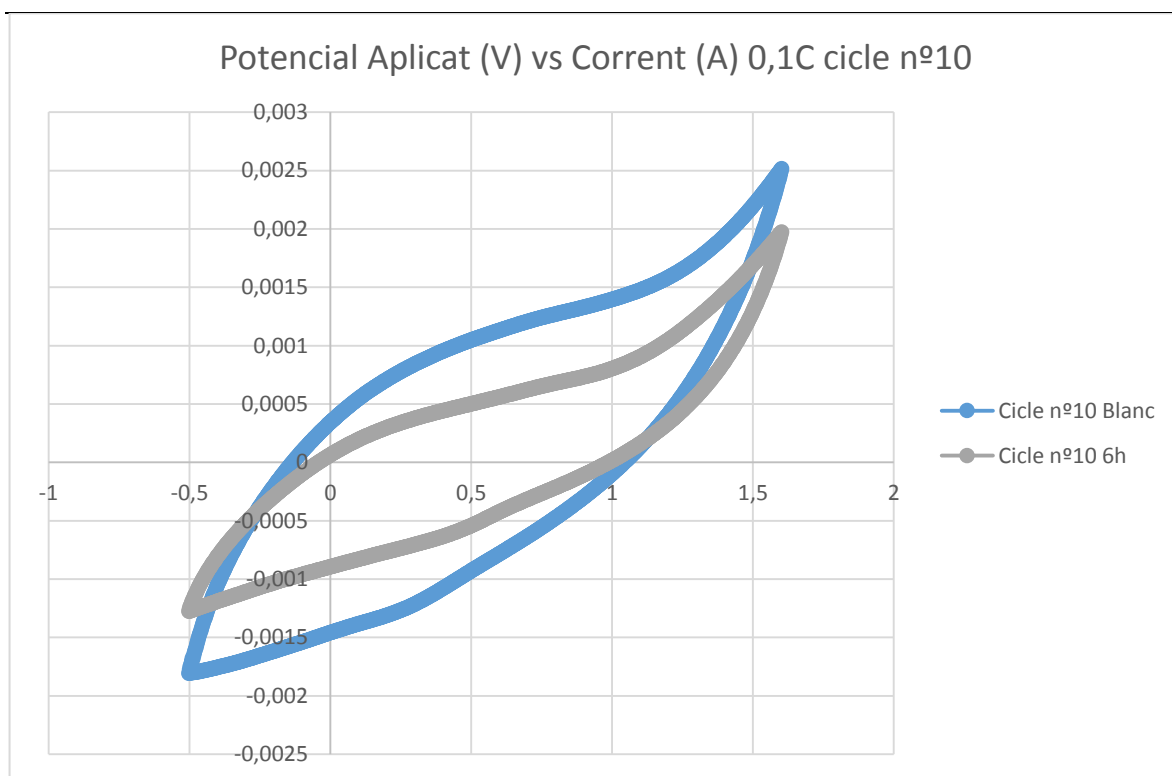
Il·lustraci3 33 - CV V vs A 0,05C cycle n50



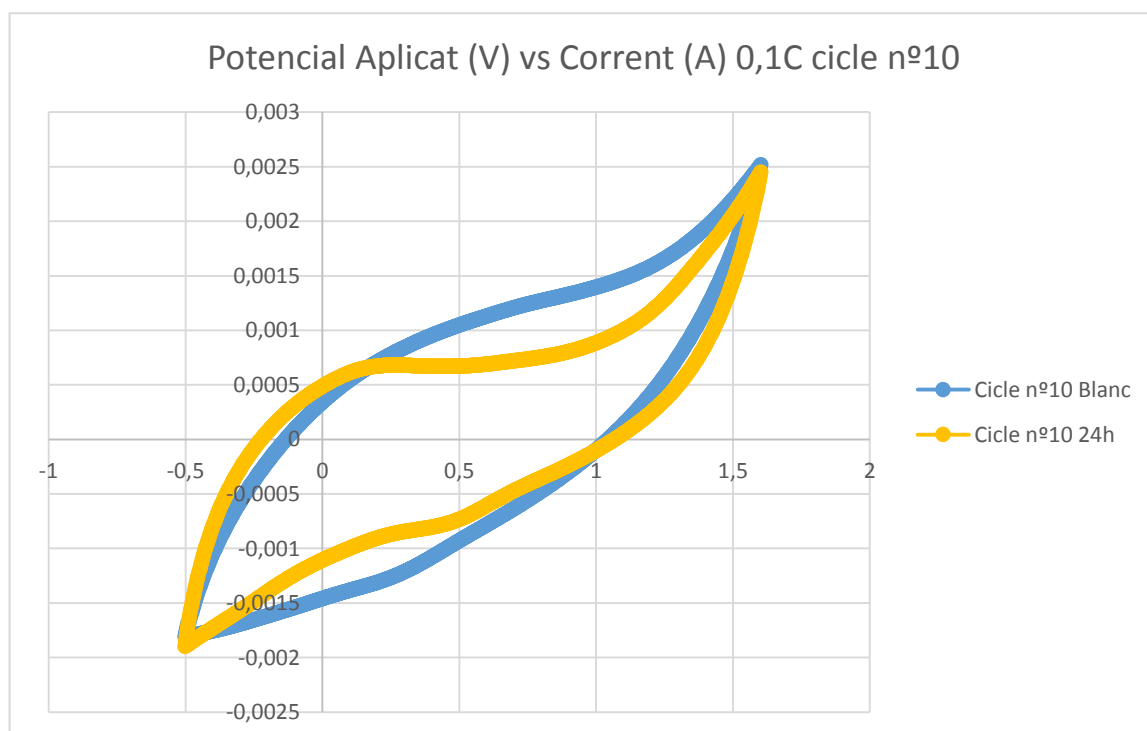
Il·lustració 34 - CV V vs A 0,05C cycle nº 50



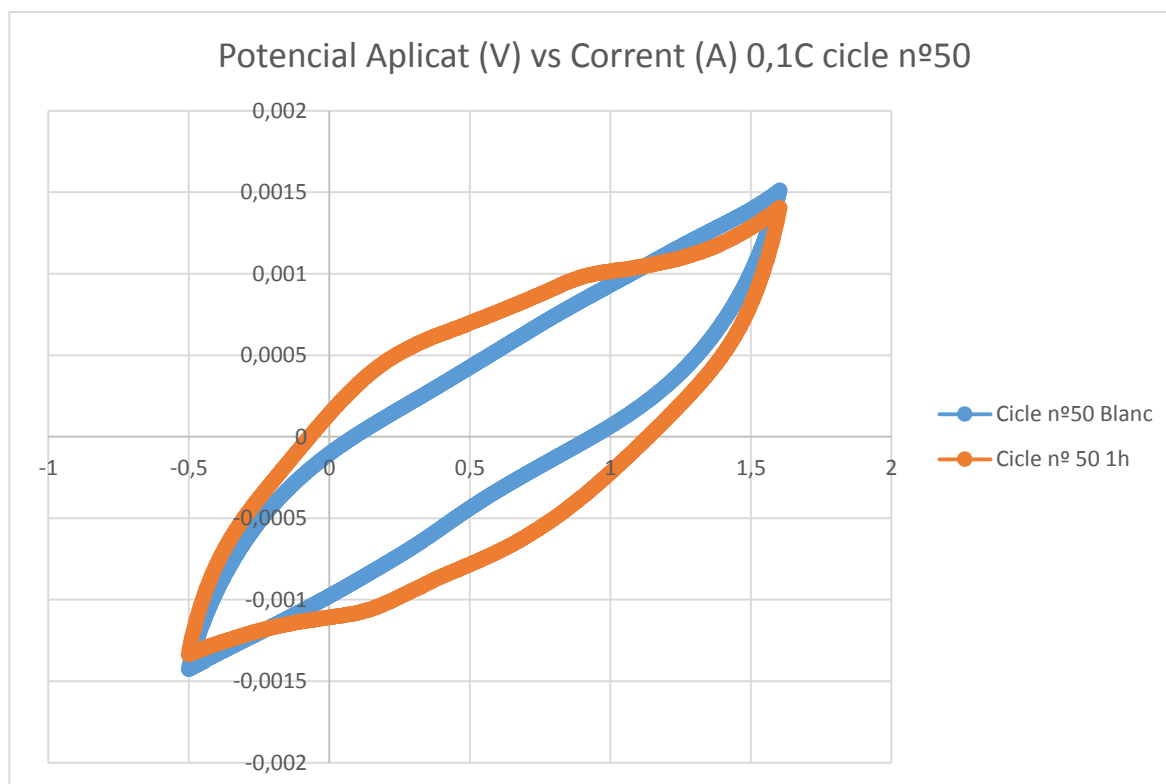
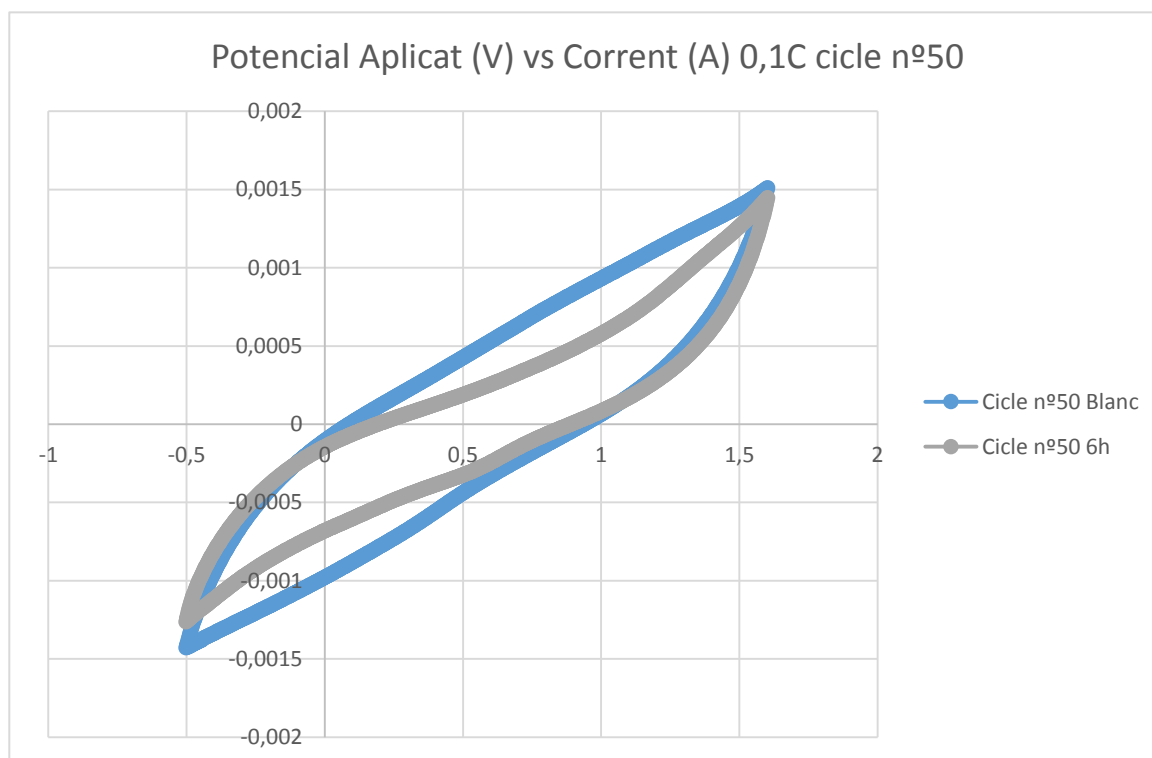
Il·lustració 35 - CV V vs A 0,1C cycle nº 10

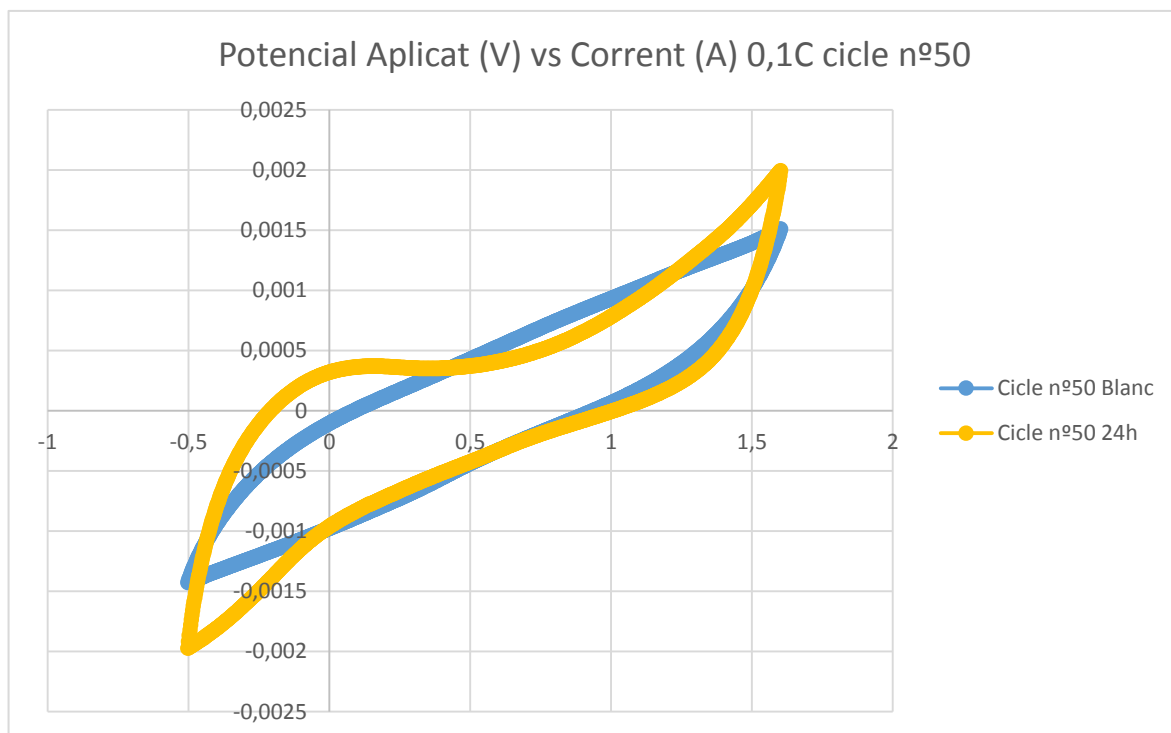


Il·lustració 36 - CV V vs A 0,1C cycle nº 10

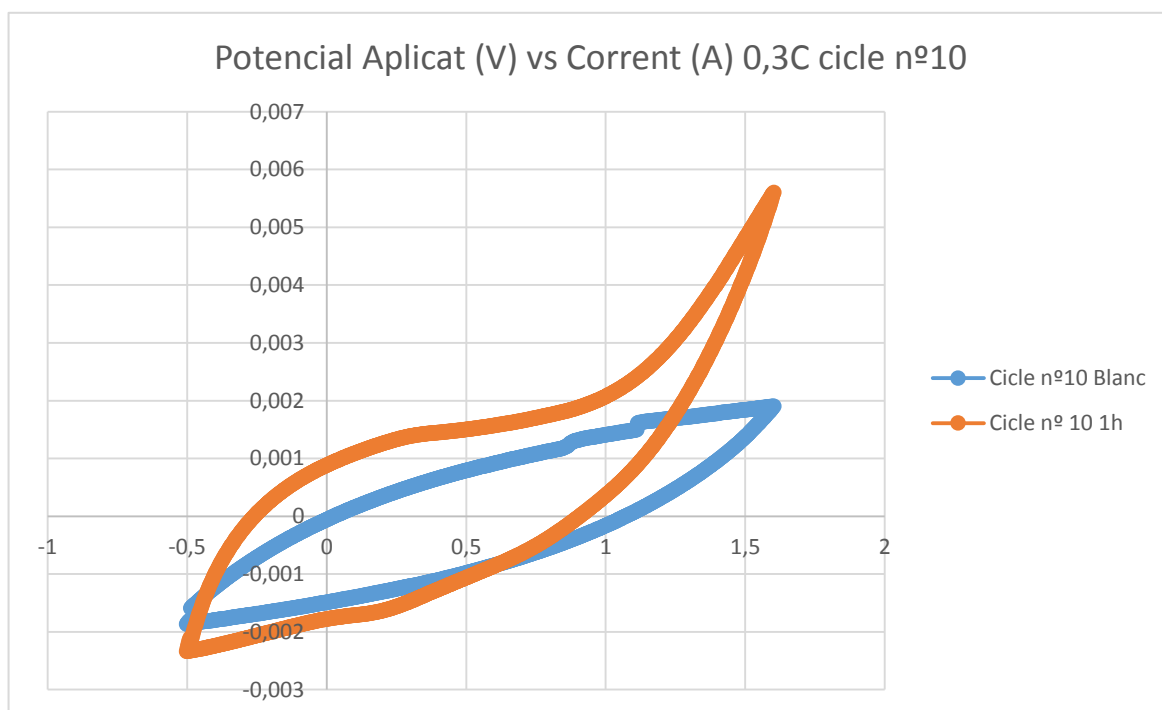


Il·lustració 37 - CV V vs A 0,1C cycle nº 10

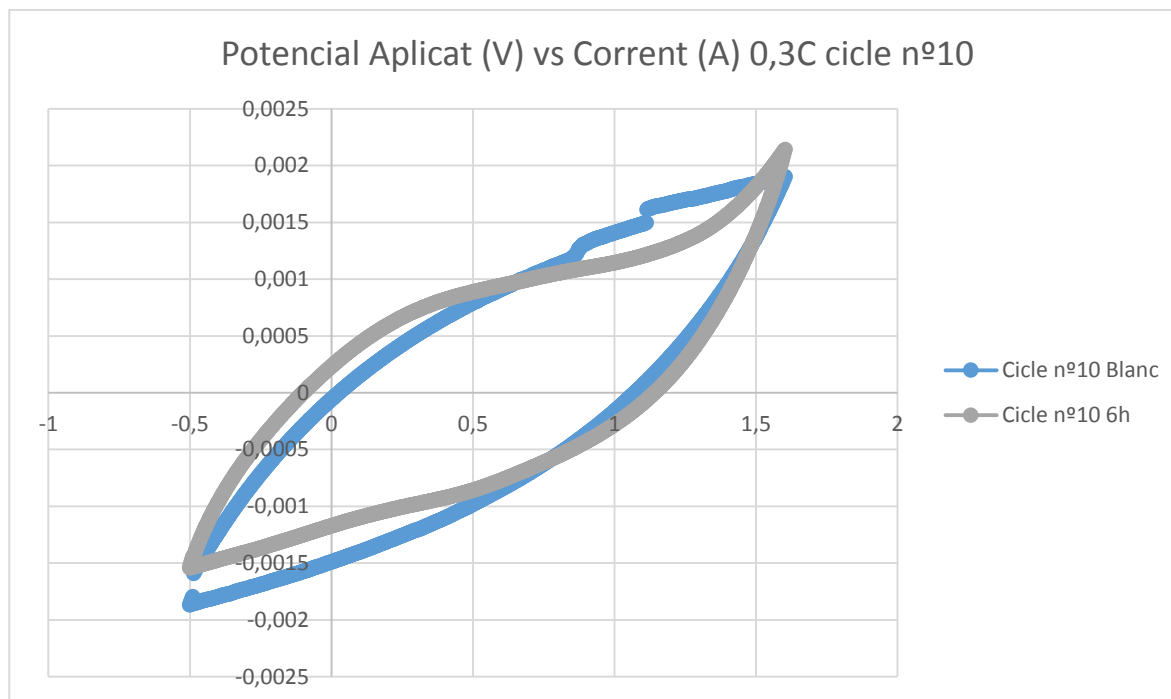
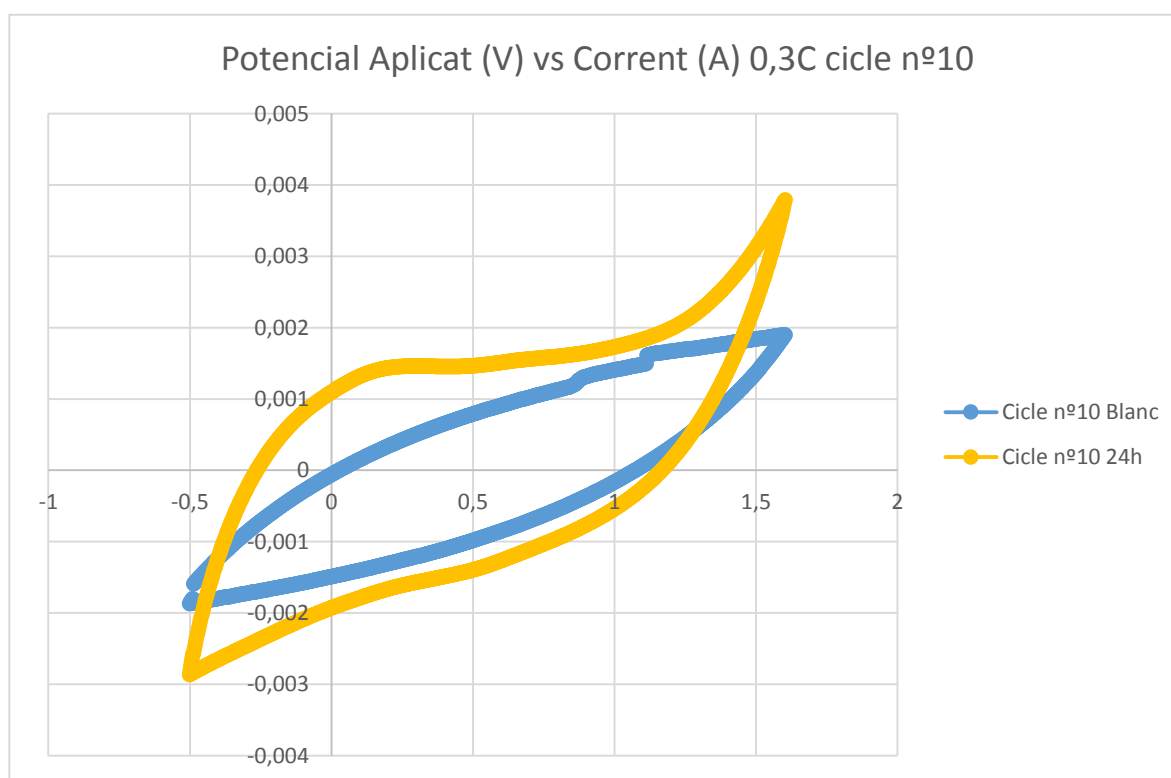
*Il·lustració 38 - CV V vs A 0,1C cycle nº 50**Il·lustració 39 - CV V vs A 0,1C cycle nº 50*

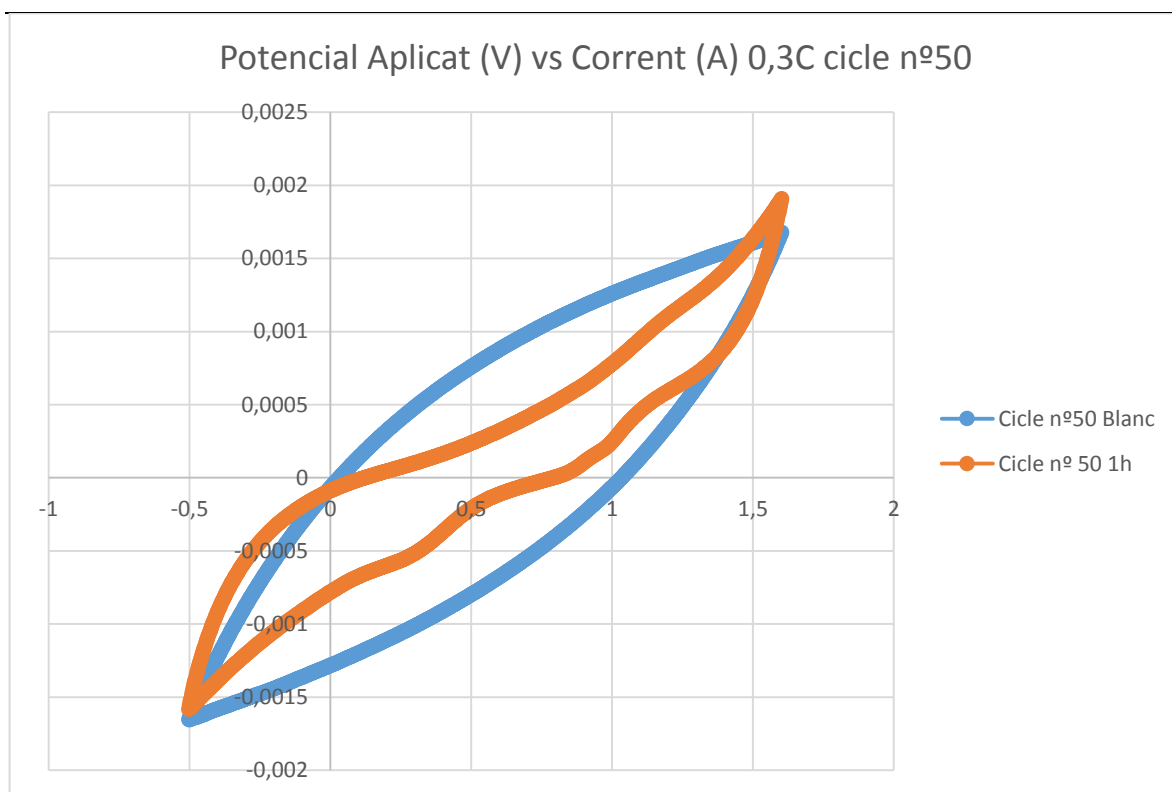


Il·lustraci3 40 - CV V vs A 0,1C cycle n50

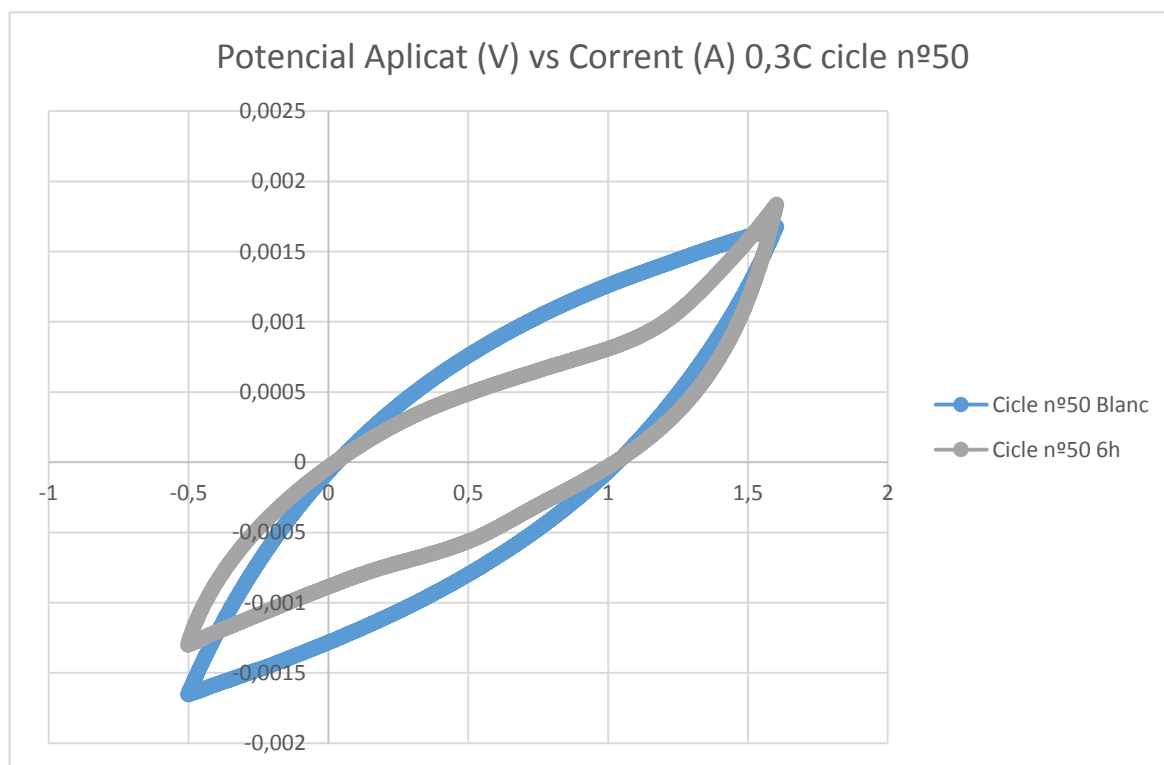


Il·lustraci3 41 - CV V vs A 0,3C cycle n10

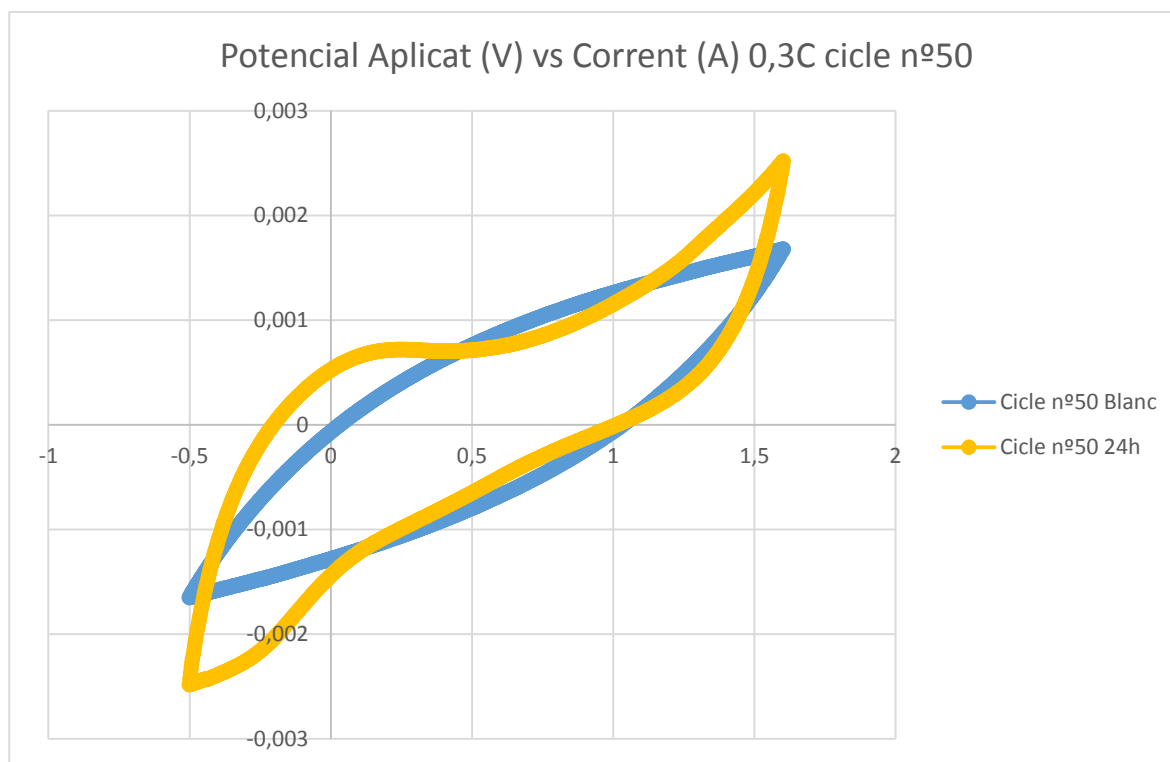
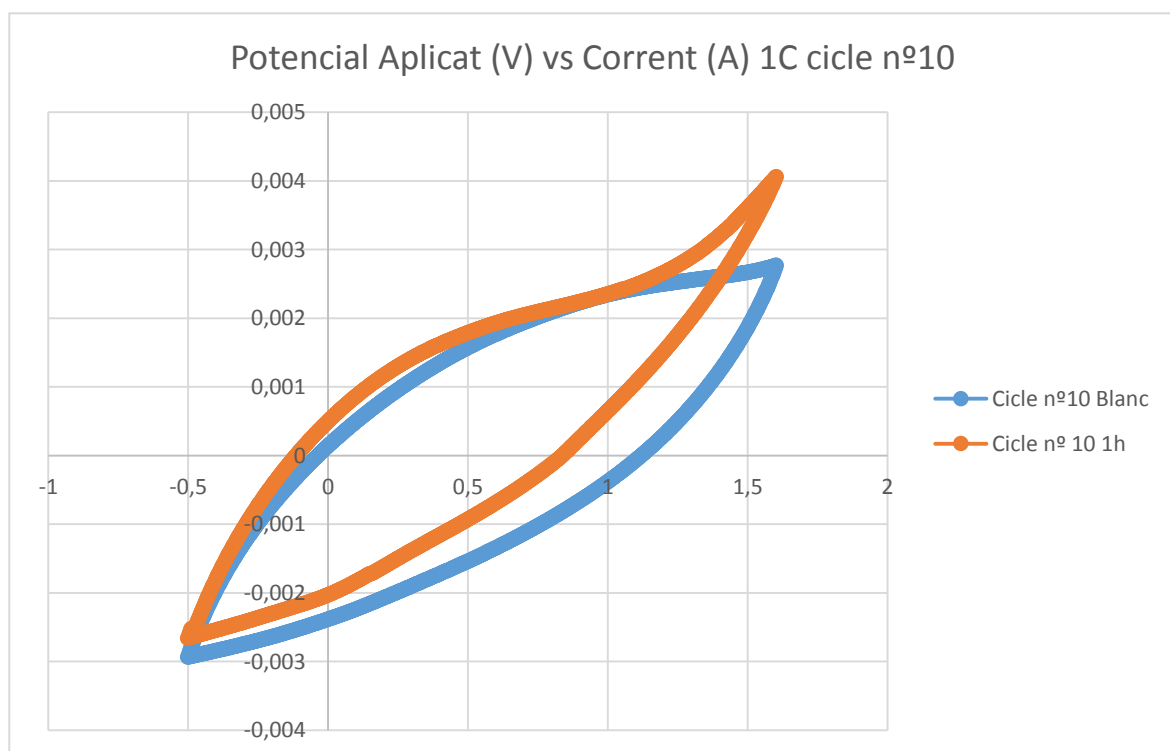
*Il·lustració 42 - CV V vs A 0,3C cycle nº 10**Il·lustració 43 - CV V vs A 0,3C cycle nº 10*

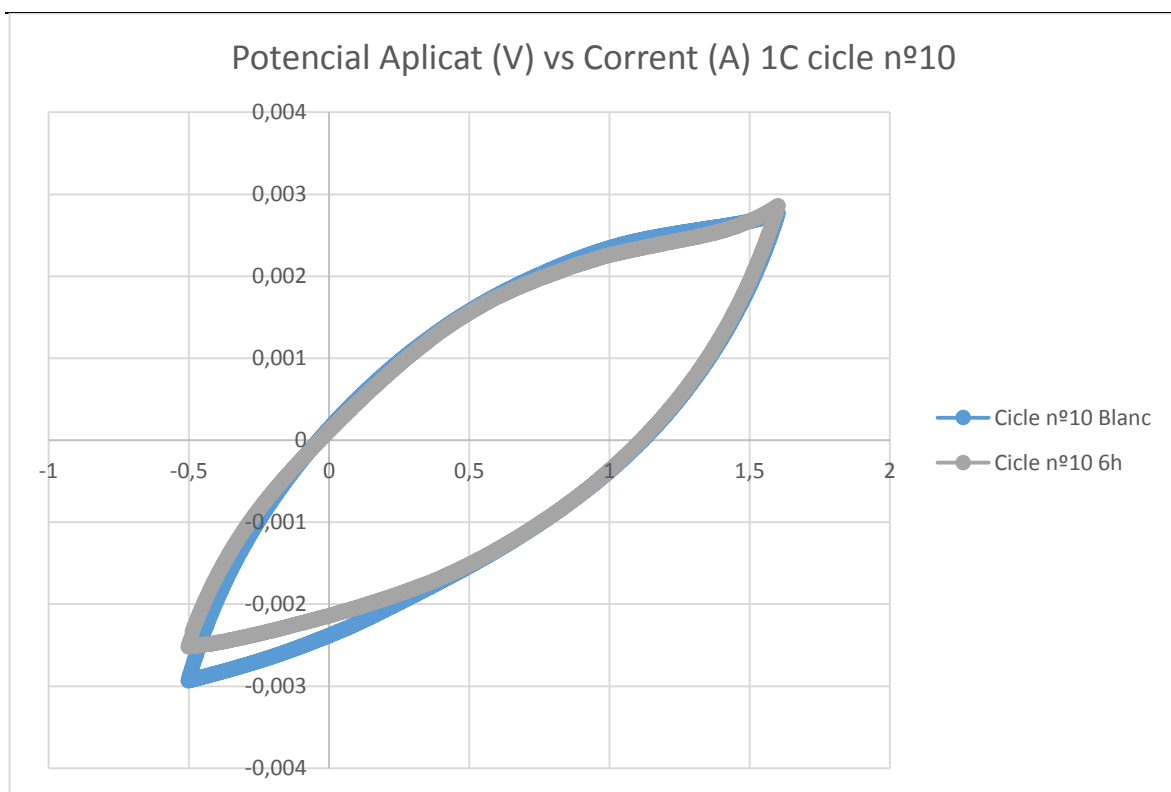


Il·lustraci3 44 - CV V vs A 0,3C cycle n50

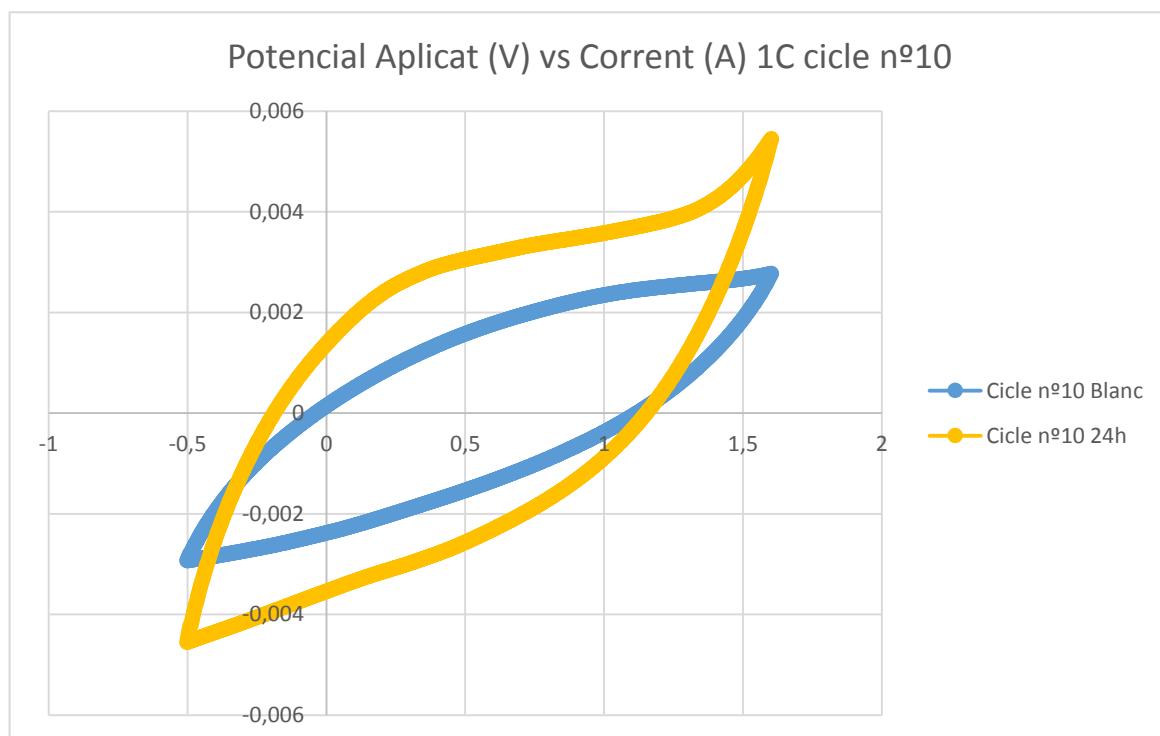


Il·lustraci3 45 - CV V vs A 0,3C cycle n50

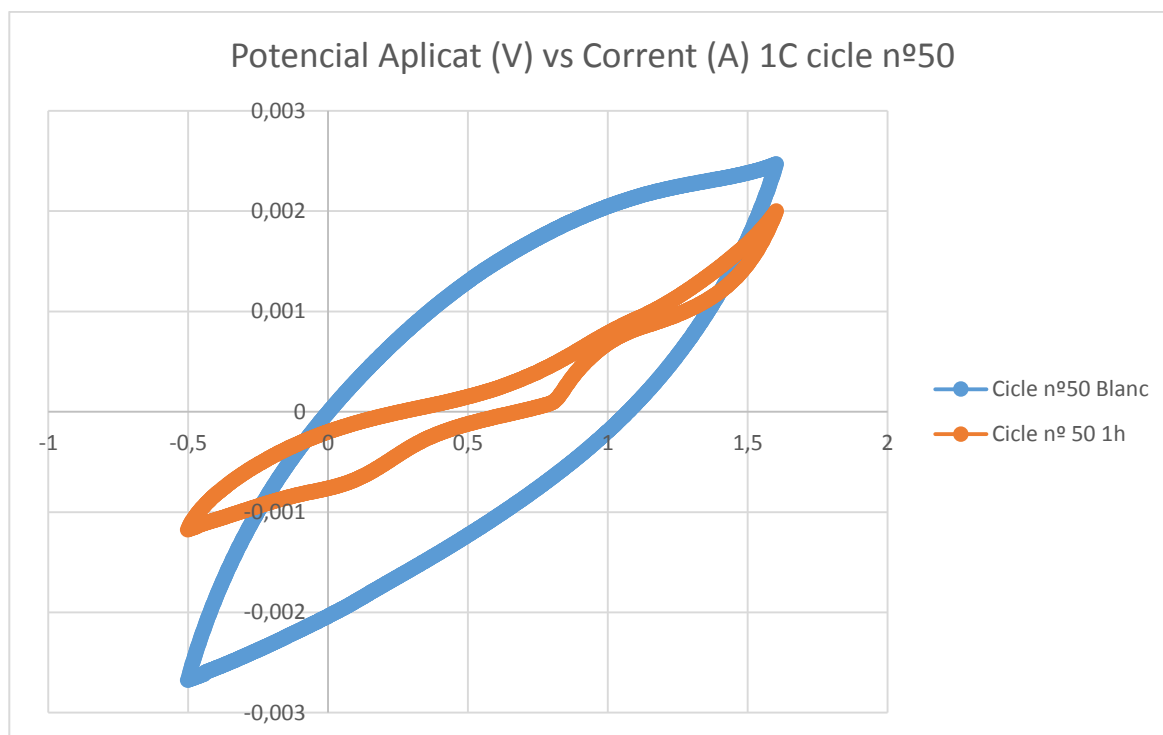
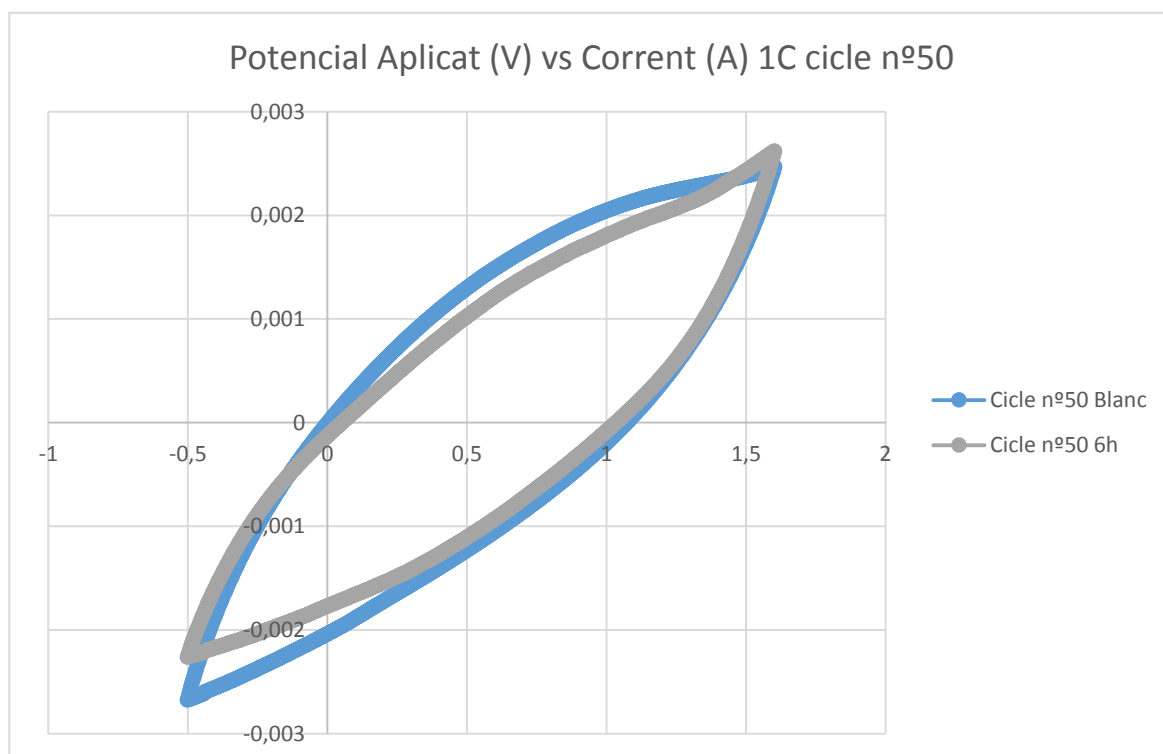
*Il·lustració 46 - CV V vs A 0,3C cycle nº 50**Il·lustració 47 - CV V vs A 1C cycle nº 10*

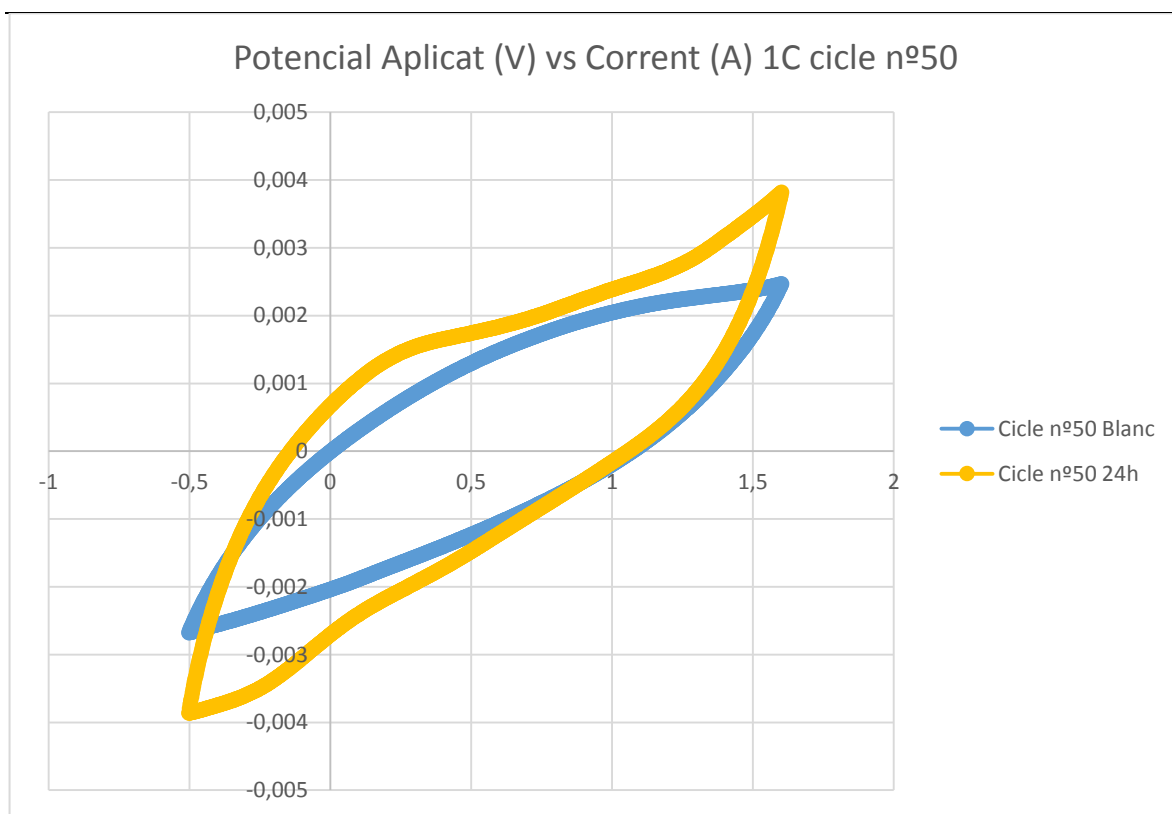


Il·lustraci3 48 - CV V vs A 1C cycle n   10



Il·lustraci3 49 - CV V vs A 1C cycle n   10

*Il·lustració 50 - CV V vs A 1C cycle nº 50**Il·lustració 51 - CV V vs A 1C cycle nº 50*



Il·lustració 52 - CV V vs A 1C cycle nº 50

En els gràfics es representen els cicles de les mostres sense tractar i de les mostres tractades. Això ens permet veure els efectes que produeix l'atac a les peces. La gran majoria de les mostres presenten un més o menys similar al blanc: una corba ascendent, un punt màxim i una corba descendent fins al mínim.

Els corrents màxims de les peces al cicle 50 presenten un augment amb l'augment de les carregues de generació que les del blanc. L'increment dels màxims de corrent es recull en la següent taula.

Taula 1 Valors màxims de corrent en amperes

Corrent màx	0,05C	0,1C	0,3C	1C
Blanc	0,0014 A	0,0015 A	0,0017 A	0,0024 A
1h	0.0014 A	0.0014 A	0.0019 A	0.002 A
6h	0.0014 A	0.0014 A	0.0018 A	0.0026 A
24h	0,002 A	0,002 A	0,0024 A	0,0038 A

Taula 2 Increment corrents en amperes

Increment	0,05C a 0,1C	0,1C a 0,3C	0,3C a 1C
Blanc	0,0001 A	0,0002 A	0,0007 A
1h	0 A	0.0005 A	0.0001 A
6h	0 A	0.0004 A	0.0008 A
24h	0 A	0,0004 A	0,0014 A

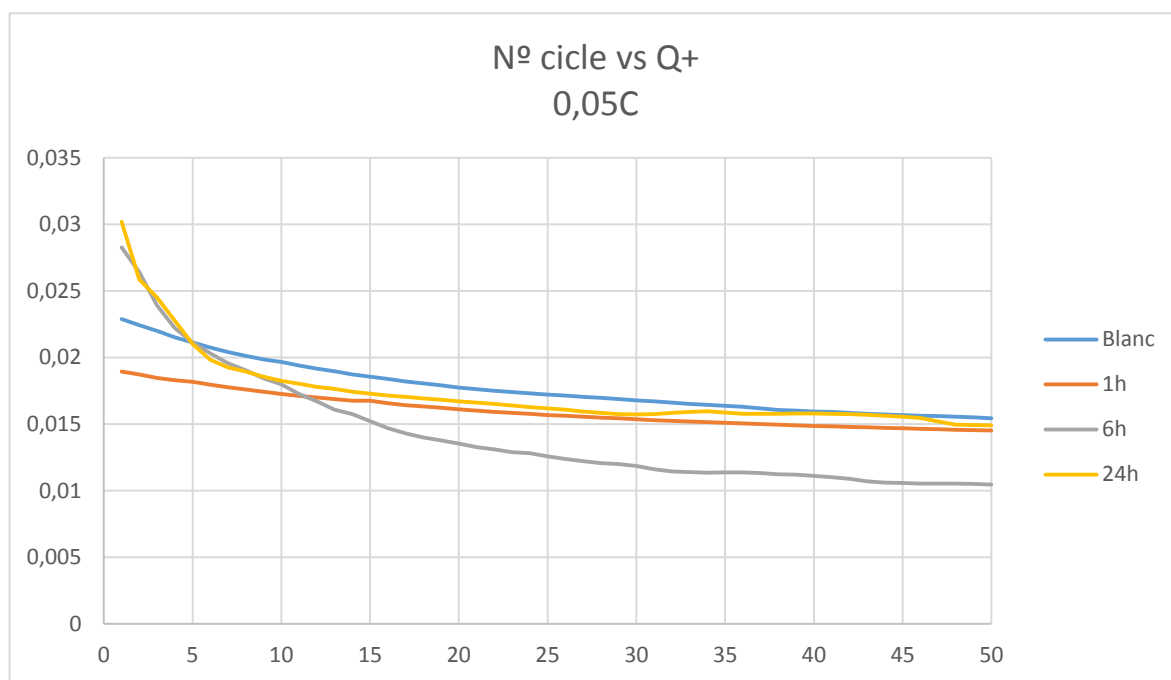
Amb les taules anteriors es pot veure que quant més gruix de PEDOT més elevats són els pics de corrent. Les mostres de 24h es beneficien d'un augment de quasi el doble respecte a les del blanc.

Les mostres de 24h presenten un comportament similar però amb una diferencia, entre mig de les corbes de baixada i de pujada presenten unes on la baixada i la pujada es fan més pronunciades abans de arribar a la mitat. Totes les plaques de 24h presenten uns màxims i mínims més grans en valor absolut que els equivalents en els blancs. Aquest comportament es aprecia tan en els primers cicles, on es molt acusat, com en el finals que en alguns cops és de més d'un 50% més gran.

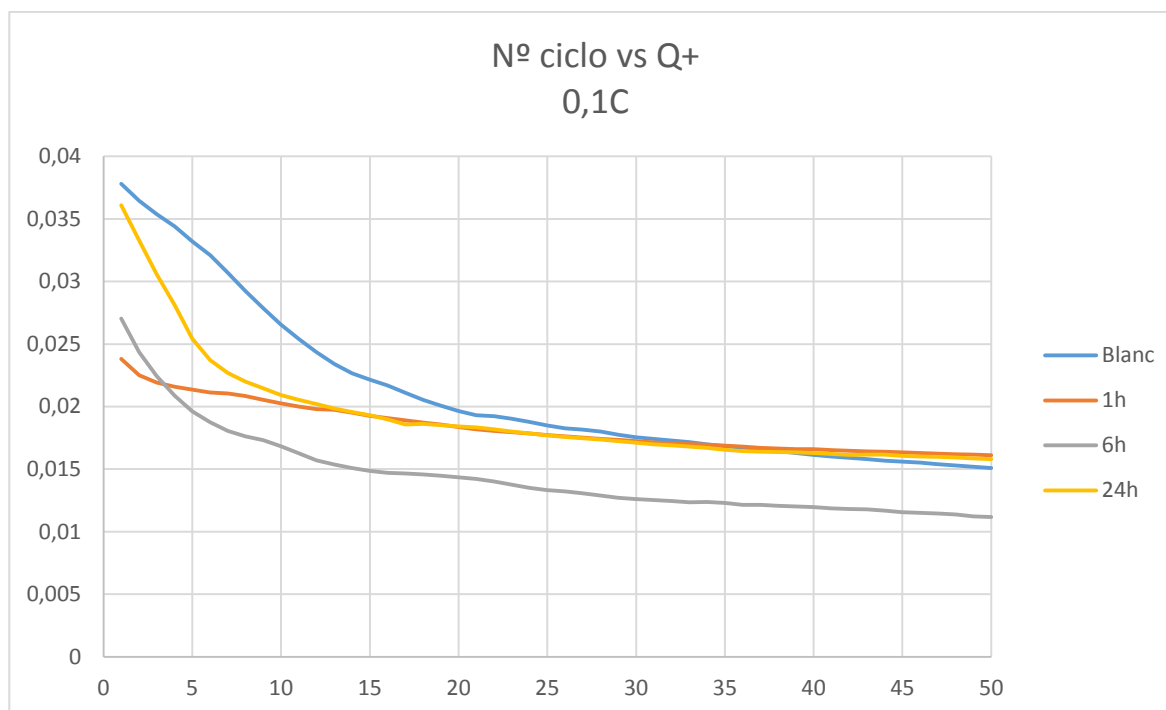
Les mostres de 1h tenen un comportament variat: a carregues de generació elevades donen unes respostes inicials semblants a les de 24h però tenen un comportament final molt inferior al blanc. Les mostres de 1h amb carregues de generació baixos són similars al blanc.

Les mostres de 6 hores presenten en general un comportament inferior al blanc en quasi totes les plaques.

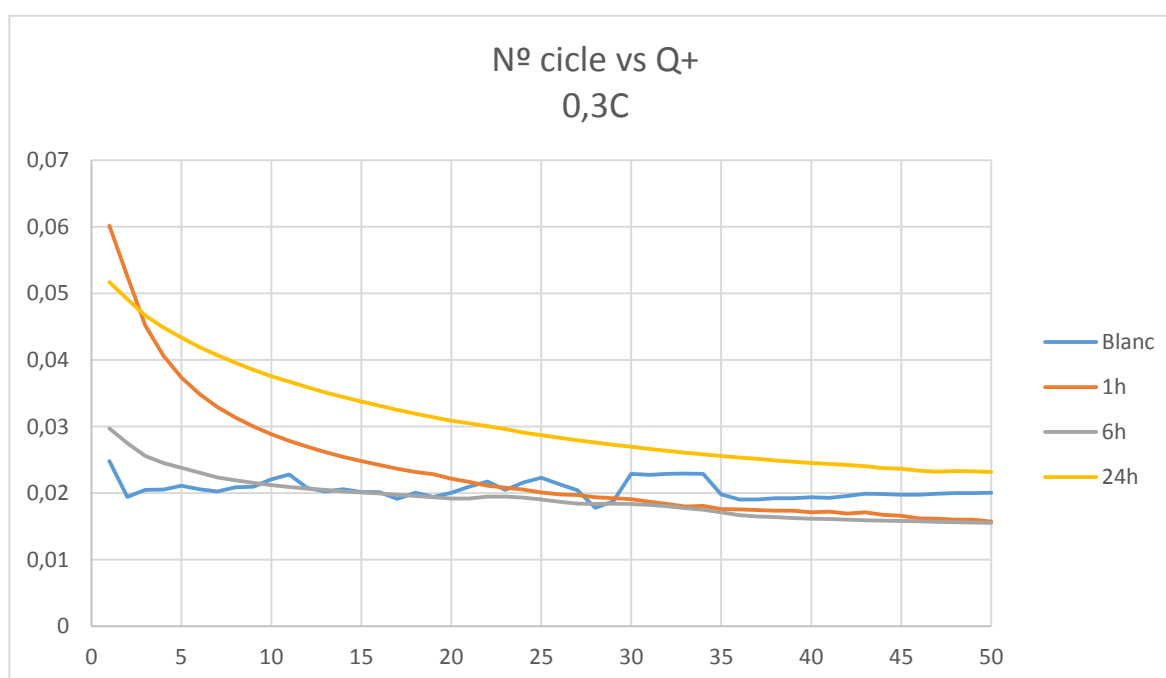
A continuació s'inclouen gràfics que representen la carrega total al càtode per cicle. Aquests gràfics ens permeten apreciar d'una manera més comparativa de les seves propietats elèctriques. No sols és important el valor màxim de carrega que poden assolir, sinó també la seva progressió durant el pas dels cicles. Així doncs quan més gran és l'àrea sota la corba millors propietats elèctriques presenta.



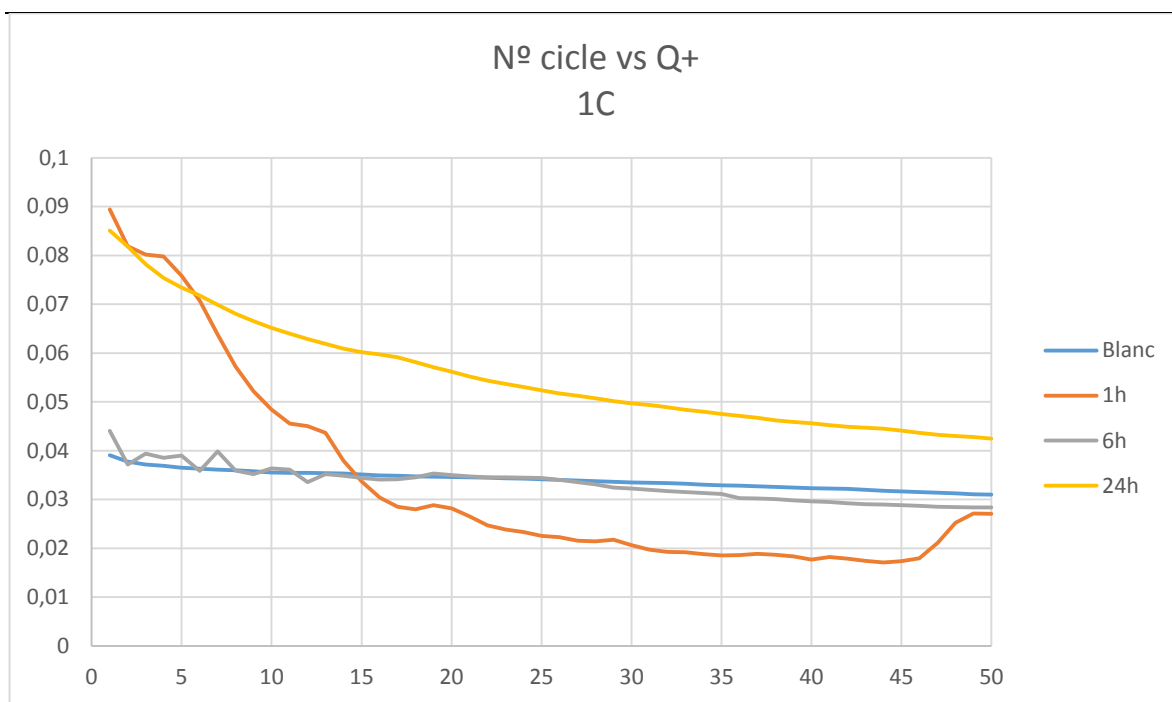
Il·lustració 53 - Número de cycle vs (Q+) 0.05 C



Il·lustració 54 - Número de cycle vs (Q+) 0.1 C



Il·lustració 55 - Número de cycle vs (Q+) 0.3C



Il·lustració 56 - Número de cicle vs (Q+) 1 C

La resposta elèctrica de les plaques va decreixent amb el temps. Les plaques tenen dos tipus de comportament, depèn del gruix de PEDOT. Les d'un gruix petit (0.05C i 0.1C) amb un descens inicial pronunciat i després un de suau enfront les gruixudes (0.3C i 1C) que el descens és més o menys constant.

L'Àrea sota la corba de cada placa ens permet comparar numèricament els 50 cicles de cada placa enfront de les altres. Tot seguit s'adjunta una taula amb el càlcul d'àrees.

Taula 3 Taula d'àrees gràfiques propietats elèctriques

Àrea sota la corba del cicle 1 al 50	0,05C	0,1C	0,3C	1C
Blanc	0,8681	1,0261	1,0052	1,668
1h	0,7839	0,8953	1,06	1,6137
6h	0,6934	0,7049	0,9358	1,6258
24h	0,8428	0,9337	1,5097	2,7061

Es pot apreciar com numèricament l'àrea augmenta amb la carrega independentment de la mostra. S'observa un efecte del temps d'atac de la mostra respecte a l'àrea. Aquest increment varia a la vegada també en funció de la carrega d'electrogeneració. Les mostres tenen un augment de l'àrea lineal menys la de 24h que és bastant exponencial. S'adjunta una taula amb el increment percentual de cada mostra tractada respecte del blanc.

$$\left(\frac{\text{Àrea mostra}}{\text{Àrea del Blanc}} - 1 \right) * 100$$

Equació 1 Equació del càlcul percentil

Taula 4 Taula dels percentils de comparació respecte les propietats elèctriques.

% Comparativa	0,05 C	0,1 C	0,3 C	1 C
1h	-9,70%	-12,75%	5,45%	-3,26%
6h	-20,12%	-31,30%	-6,90%	-2,53%
24h	-2,91%	-9,00%	50,19%	62,24%

Es pot apreciar una tendència general, l'efecte del atac a les plaques és més pronunciat en carregues de electrogeneració elevades. Les mostres electrogenerades a carregues petites (0.05C i 0.1C) són sempre inferiors al blanc. Les mostres generades amb carregues grans (0.3C i 1C) tenen un comportament diferent. Les mostres de 24h de 0.3 C i 1C són les úniques que trenquen la tendència, amb un valor d'increment del 50%, quan la resta de valors són negatius.

Com a càlculs addicionals es van calcular el espessor dels films de PEDOT i el seu grau de dopatge. Tot i que les plaques són d'un cm² per cada cantó, 2 cm², una part dels mateixos no es submergia a la cel·la a la generació així que s'assumirà per als càlculs un àrea de 1,8 cm².

Taula 5 Taula dels càlculs del gruix del PEDOT

MUESTRA (Q. Gen. PEDOT)	Masa PEDOT (g)	espesor film PEDOT (cm)	espesor film PEDOT (µm)
0,05 C	0,00004375	1,45979E-05	0,146
0,10 C	0,0000875	2,91959E-05	0,292
0,30 C	0,0002625	8,75876E-05	0,876
1,00 C	0,000875	0,000291959	2,920

$$\text{Grau de dopatge} = \frac{2 * Q_{ox}^+}{Q_{generació} - Q_{ox}^+}$$

Equació 2 Equació del grau de dopatge

Els càlculs per a trobar el grau de dopatge s'han de fer amb els valors del segon cicle, ja que el cicle està establert i no dona valors dispers d'inici. El grau de dopatge és el nº de ClO_4^- per unitat monomèrica (EDOT)

Mostra	Grau de dopatge
0.05 C Blanc	1,627183
0.05 C 1h	1,198545
0.05 C 6h	2,240123
0.05 C 24h	2,145098
0.1 C Blanc	1,147765
0.1 C 1h	0,580984
0.1 C 6h	0,64348
0.1 C 24h	0,998081

0.3 C Blanc	0,138595
0.3 C 1h	0,478355
0.3 C 6h	0,201794
0.3 C 24h	0,391808
1 C Blanc	0,078438
1 C 1h	0,178461
1 C 6h	0,077119
1 C 24 h	0,178282



7. Anàlisi de l'impacte ambiental





L'impacte medi ambiental del estudi és durà a terme mitjançant un anàlisi de la seva perillositat i riscos segons les classificacions oficials. Es faran servir les normatives europees com a estàndard i barem.

El REACH, acrònim de Registre, Avaluació, Autorització i Restricció de substàncies i mesclures químiques té com a objectiu vetllar i millorar la salut humana i del medi ambient des de l'1 de juny del 2007.

Tots els residus de l'experiment s'han depositat als contenidors especials habilitats per a tal us.

Segons aquesta normativa s'introdueix la següent taula de perillositats.

Producte	Perillositat	Pictograma
Acetona	<ul style="list-style-type: none">• H225: Líquid inflamable• H319: Irritació greu ocular.• H336: Efectes narcòtics i somnolència per exposició• EUH066: Exposició reiterada pot provocar sequedat a la pell i fins i tot esquerdes.	
Àcid Clorhídric	<ul style="list-style-type: none">• H290: Corrosiu per a metalls• H314: Provoca cremades greus en la pell i lesions oculars greus.• H335: Pot irritar les vies respiratòries	

Hipoclorit Sòdic	<ul style="list-style-type: none"> • H290: Corrosiu per a metalls • H314: Provoca cremades greus en la pell i lesions oculars greus. • H335: Pot irritar les vies respiratòries • H400: Perillós per al medi ambient • EUH031: En contacte amb àcids allibera gasos tòxics 	
EDOT, 3,4-Etilendioxitiofé	<ul style="list-style-type: none"> • H302: Perillós per ingesta • H311: Tòxic en contacte amb la pell. • H319: Irritació greu ocular. 	
Perclorat de Liti	<ul style="list-style-type: none"> • H228: Sòlid inflamable • H315: Provoca irritació cutània. 	
Acetonitril	<ul style="list-style-type: none"> • H225: Líquid inflamable • H302: Perillós per ingesta • H312: Nociu en contacte amb la pell. • H332: Nociu per inhalació • H319: Irritació greu ocular. 	

Il·lustració 57 taula de perillositats

Conclusions

Les conclusions que es poden extreure del experiment són les següents:

1. S'ha determinat amb èxit la morfologia del acer atacat i de les plaques amb PEDOT generat sobre les mateixes. En tots el cassos, independentment del grau de rugositat de la placa d'acer base, el fins de PEDOT electrogenerat tendeixen a anivellar la topografia, generant una superfície nova de PEDOT que resulta ser menys rugosa que les plaques de topografies més abruptes.
2. La morfologia del acer AISI 316 on el PEDOT es generat influeix sobre les seves propietats. Al imitar la morfologia de l'acer, el PEDOT adopta noves distribucions entre els nòduls. Hi ha tres etapes clares en funció de l'atac del àcid clorhídric. Atac al límit de gra de 1h d'atac, destrucció del límit i atac al gra de 6 hores d'atac i superfície abrupte i desordenada de 24 hores d'atac. La última crea diferents zones planes més o menys grans de diferents alçades generant una estratificació del PEDOT. Aquesta estratificació crea agrupacions que genera una distribució interna de polarons diferent.
3. El PEDOT aglomera més nòduls en funció de les hores d'atac de les peces. I l'efecte de compactació augmenta amb el temps d'atac, es la de 24 hores la que més.
4. Les plaques de 24 hores presenten un comportament en les ciclovoltamperimetries diferent del resta de plaques. Els màxims de corrent generats són superiors a la resta i es beneficien molt més que les altres plaques del augment de la carrega de generació. Les plaques de 24 hores presenten un augment de les seves capacitats sobre el blanc d'un 50 % a 60 %.
5. L'indicat a la conclusió 4, deixa clar que la micro- i nano morfologia superficial dels films electrogenerats sobre les plaques atacades durant 24 h es la que implica una millor resposta elèctrica dels films. Inicialment s'esperava el comportament oposat, cosa que fa pensar en un mecanisme d'acció més complexe que simplement un increment de superfície específica.

PROPOSTES DE MILLORA PER A FUTURS TREBALLS

Recomanem que es repeteixin els assajos morfològics i els assajos electroquímics de mesura de la resposta elèctrica, amb més mostres, per a augmentar la representativitat estadística dels resultats

Anàlisi Econòmic

En aquest apartat s'inclourà una estimació del preu del cost del projecte.

1. Cost dels reactius.

PRODUCTE	PREU	QUANTITAT	COST
EDOT	6.72 €/g	0.2g	1.34 €
ÀCID CLORHÍDRIC	33.20 €/l	50 ml	1.66 €
HIPOCLORIT SÒDIC	12.10 €/l	20 ml	2.42 €
PERCLORAT DE LITI	1 €/g	0.5 g	0.5 €
ACETONITRIL	32.5 €/l	200 ml	6.5 €
ACETONA	9.5 €/l	500 ml	4.75 €
PLAQUES AISI 316	14€/kg	200g	2.8 €
MATERIAL GENÈRIC DE LABORATORI			7.4 €
TOTAL			27.37 €

2. Cost dels equips emprats

EQUIP	PREU (€/H)	TEMPS (H)	COST (€)
MICROSCOPI ÒPTIC	9	2	18 €
SEM	187.5	2	375 €
MATERIAL DE LABORATORI + ÚS DEL POTENCIOSTAT + NOVA	30	24	720 €
AFM	140	6	840 €
TOTAL			1953 €

3. Cost de personal

TASCA	PREU (€/H)	TEMPS (H)	COST (€)
ESTUDI PREVI I DOCUMENTACIÓ	10	20	200 €
EXPERIMENTACIÓ	10	360	3600 €
ANÀLISIS DE RESULTATS	20	60	1200 €
TOTAL			5000 €

4 Total

CONCEPTE	TOTAL (€)
REACTIUS	27.37 €
EQUIPS	1953 €
PERSONAL	5000 €
TOTAL	6980.37 €

Bibliografia

[1]https://chem.libretexts.org/Core/Analytical_Chemistry/Instrumental_Analysis/Cyclic_Voltammetry

[2]Autolab Application Note EC08. Basic overview of the working principle of a potentiostat/galvanostat (PGSTAT) – Electrochemical cell setup. A: Metrohm Autolab.B.V. 2011, p. 1-

[3] Cintia Ocampo, Ramon Oliver, Elaine Armelin, Carlos Alemán, and Francesc Estrany, 2006. Electrochemical Synthesis of Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) on Steel Electrodes: Properties and Characterization. *Journal of Polymer Research* (2006) 13: 193–200

[4] Francesc Estrany, David Aradilla, Ramón Oliver, Elaine Armelin, Carlos Alemán, 2008. Properties of nanometric and submicrometric multilayered films of poly(3,4-ethylenedioxythiophene) and poly(N-methylpyrrole). *European Polymer Journal* 44 (2008) 1323–1330

[5] David Aradilla, Francesc Estrany, Denise S. Azambuja, María T. Casas, Jordi Puiggali, Carlos A. Ferreira, Carlos Alemán, 2010. Conducting poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-montmorillonite exfoliated Nanocomposites. *European Polymer Journal* 46 (2010) 977–983